

TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI

FAKULTA TEXTILNÍ

Katedra textilních materiálů

Akademický rok: 2010/2011

Katedra: Textilních materiálů
Studijní program: N3106/Textilní inženýrství
Studijní obor: 3106T007/Textilní materiálové inženýrství
Kód: 579
Název diplomové práce:

Mechanické chování nitinolových vláken

Mechanical behavior of nitinol fibers

Řešitel: Bc. Klára Šmáriková

Vedoucí práce: Jiří Militký, prof. Ing. CSc. podpis

Konzultant: Ing. Jaroslav Hanuš, Ph.D

Počet stran: 92/52

Počet tabulek: 15/13

Počet obrázků: 50/52

Počet příloh: 9

Prohlášení

Byla jsem seznámena s tím, že na mou diplomovou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, zejména § 60 – školní dílo.

Beru na vědomí, že Technická univerzita v Liberci (TUL) nezasahuje do mých autorských práv užitím mé diplomové práce pro vnitřní potřebu TUL.

Užiju-li diplomovou práci nebo poskytnu-li licenci k jejímu využití, jsem si vědom povinnosti informovat o této skutečnosti TUL; v tomto případě má TUL právo ode mne požadovat úhradu nákladů, které vynaložila na vytvoření díla, až do jejich skutečné výše.

Diplomovou práci jsem vypracovala samostatně s použitím uvedené literatury a na základě konzultací s vedoucím diplomové práce a konzultantem.

V Liberci, dne 6.5 2011

Podpis

Poděkování

Touto cestou bych chtěla velice poděkovat svému vedoucímu diplomové práce panu Jiřímu Militkému, prof. Ing. CSc. za trpělivost a odborné rady při řešení problémů týkajících se této diplomové práce.

Dále bych chtěla poděkovat mému konzultantovi panu Ing. Jaroslavu Hanušovi, Ph.D za pomoc při přípravě vzorků, poskytnutí cenných informací a rad, za ochotu se mi věnovat, za vstřícnost při řešení odborných problémů a v neposlední řadě také za trpělivost.

Také bych chtěla poděkovat touto cestou Ing. Pavlíně Munzarové, za pomoc při testování mechanických parametrů vzorků, Ing. Miroslavě Maršálkové, Ph.D za pomoc při měření na přístroji DSC a celému personálu katedry KTM.

Další dík patří Ing. Martině Košátkové Huškové za pomoc při zpracování dat ve výpočetním programu, Ing. Janě Špánkové za přípravu programu pro zpracování dat.

V neposlední řadě dík patří i mé rodině, přátelům a známým za trpělivost a ohleduplnost v nelehkých časech při řešení a zpracování této práce.

.

Anotace

Téma: Mechanické chování nitinolových vláken

V rámci této diplomové práce byla vypracována literární rešerše na téma slitiny s tvarovou pamětí. Jsou zde uvedeny základní vlastnosti a obecné charakteristiky těchto slitin.

Experimentální část práce je zaměřena na studium mechanických vlastností NiTiNOlových vláken v závislosti na době žíhání. Průběhy zatěžovacích křivek při prostém a cyklickém namáhání jsou sledovány v závislosti na době žíhání. Vlákná jsou také testována na přístroji DSC, kde jsou sledovány charakteristické křivky. Práce obsahuje výsledky jednotlivých testů a návrhy parametrizace výsledných křivek.

Klíčová slova: slitiny s tvarovou pamětí, nitinol, prosté a cyklické namáhání

Annotation

Topic: Mechanical behavior of nitinol fibers

As a part of this thesis was worked out literature search on a topic shape memory alloys. There is basic properties and general characteristics of these alloys.

Experimental part of thesis is focused on study of mechanical properties of NiTi fibers depending on the annealing time. Process of the stress-strain curves and simply and cyclic strain are watched depending on annealing time. Fibers are also tested on machine DSC, where are watched characteristic curves. This work includes results of each test and proposal of parameterization of the resulting curves.

The key words: shape memory alloys, nitinol, simple and cyclic strain

Obsah

Použité zkratky v textu	8
Úvod	10
Literární průzkum.....	11
1 Historie SMA materiálů	11
1.1 Slitiny s tvarovou pamětí.....	12
1.2 Polymery s tvarovou pamětí - SMP	13
1.3 Tvarová paměť	14
1.4 Jev tvarové paměti – martenzitická transformace	15
1.5 Druhy tvarové paměti	20
2 Mechanické a termické projevy materiálů s tvarovou pamětí	22
2.1 Prosté namáhání v tahu	22
2.2 Cyklické namáhání	24
2.3 Termická analýza	25
2.3.1 Metoda DSC.....	26
2.4 Pseudoplasticita.....	27
2.5 Superelasticita	28
3 NiTiNOL	29
3.1 Výroba NiTiNOLových vláken	30
3.1.1 Elektrický ohřev	30
3.2 Základní oblasti uplatnění.....	32
Experimentální část	35
4 Popis experimentu	35
4.1 Testovaný materiál	36
4.2 Žíhání vzorků	36
4.3 Testování prostého a cyklické namáhání.....	39
4.3.1 Parametry prostého namáhání.....	41

4.3.2	Parametry cyklického namáhání	41
4.4	Testování na DSC přístroji	42
5	Vyhodnocení prostého a cyklického namáhání	44
5.1	Prosté namáhání vláken NiTi5	44
5.1.1	Závislosti mechanických parametrů vláken NiTi5.....	46
5.2	Prosté namáhání vláken NiTi6.....	49
5.2.1	Závislosti mechanických parametrů vláken NiTi6.....	50
5.3	Parametrizace prostého namáhání.....	53
5.4	Cyklické namáhání vláken NiTi5.....	57
5.4.1	Závislosti mechanických parametrů vláken NiTi5.....	60
5.5	Cyklické namáhání vláken NiTi6.....	62
5.5.1	Závislosti mechanických parametrů vláken NiTi6.....	66
5.6	Parametrizace cyklického namáhání	68
6	Vyhodnocení křivek DSC	77
	Závěr.....	83
	Použitá literatura	85
	Normy.....	87
	Seznam tabulek	88
	Seznam obrázků	88
	Seznam příloh	90

Použité zkratky v textu

SMA	Shape Memory Alloys (slitiny s tvarovou pamětí)	
SME	Shape Memory Effect (efekt tvarové paměti)	
SMP	Shape Memory Polymers (polymery s tvarovou pamětí)	
NiTi	Nikl Titan	
MTA	metody termické analýzy	
DTA	Diferenční termická analýza	
TGA	Termogravimetrie	
DTGA	Diferenční termogravimetrie	
TMA	Dynamicko-mechanická analýza	
DSC	Differential Scanning Calorimetry	
EXO	exotermní děj	
ENDO	endotermní děj	
T	teplota	[°C]
T _g	teplota zesklňování	[°C]
UV	ultra fialové záření	
U	vnitřní energie látky	[J]
v	objem látky	[m ³]
M _s	začátek fázové změny Martenzitické transformace	[°C]
M _f	konec fázové změny Martenzitické transformace	[°C]
A _s	začátek fázové změny Austenitické transformace	[°C]
A _f	konec fázové změny Austenitické transformace	[°C]
E _A	počáteční modul Austenitické transformace	[Pa]
E _M	počáteční modul Martenzitické transformace	[Pa]
ε	deformace (protažení)	[%]
l	délka po deformaci	[mm]
l ₀	počáteční délka vzorku – upínací délka	[mm]
σ	napětí (při přetrhu)	[MPa]

F	síla (při přetrhu)	[N]
S	plocha průřezu vzorku	[mm ²]
I	elektrický proud	[A]
U _e	elektrické napětí	[V]
R	elektrický odpor	[Ω]
G	elektrická vodivost	[S]
W	práce	[J]
m _z	hmotnost závaží	[g]
L	délka vlákna	[mm]
D	průměr vlákna	[mm]
E _p	počáteční modul	[GPa]
E _{3%}	modul pružnosti ve 3 % tažnosti	[GPa]
E _{6%}	modul pružnosti v 6 % tažnosti	[GPa]
E _{10%}	modul pružnosti v 10 % tažnosti	[GPa]
Z _c	hodnota směrnice tečny v začátku cyklu namáhání	
K _c	hodnota směrnice tečny v konci cyklu namáhání	
IS	interval spolehlivosti	
K _{1,2}	transformační koeficient	
C	tepelná kapacita	[kJ/kg.K]
T _{ext}	teplota okolí	[°C]
h	součinitel přestupu tepla	[W/m ² .K]

Úvod

S nástupem průmyslové revoluce v 18. a 19. století se ruční výroba přízí a tkanin přenesla do továren. Základní výrobní techniky byly zdokonalovány a mechanizovány a byly objeveny nové výrobní techniky. Dalším odvětvím, na který měla vliv průmyslová revoluce byl strojírenský průmysl, který souvisí se všemi průmyslovými odvětvími.

V současné době tvoří textil nedílnou součást našeho života. Na textilní výrobky jsou kladeny vyšší nároky než dříve. Mezi dnes již velice známé materiály patří tzv. „Inteligentní materiály“ nebo „materiály s inteligencí“ splňující vysoké nároky člověka (snadná údržba, vysoká elasticita materiálů, optimální poměr užitných vlastností a komfortu). Od běžných materiálů se tyto materiály odlišují schopnostmi cílených změn svých vlastností v souvislosti na změně okolních podmínek. Mezi charakteristické zástupce inteligentních materiálů řadíme SMA (Shape Memory Alloys – slitiny s tvarovou pamětí) materiály. V souvislosti s SMA materiály jsou dnes používány SMP (Shape Memory Polymers) materiály. Jednotlivé oblasti využití těchto materiálů jsou odlišné. Liší se podle požadavků kladených na výsledné výrobky.

Pro testování je zvolen paměťový materiál, slitina Niklu a Titanu označený NiTi5 a NiTi6. Vzorky NiTi5 a NiTi6 se liší chemickým složením vlákna, průměrem vlákna, mechanickými a termickými parametry uvedených v materiálových listech.

Cílem této diplomové práce je studium mechanického chování NiTiNOLOvých vláken typu NiTi5 a NiTi6 (napětí, deformace) v závislosti na době žíhání.

Rešeršní část práce je zaměřena na obecnou charakteristiku slitin s tvarovou pamětí a na základní oblast jejich využití.

Experimentální část práce obsahuje výsledky testů chování vláken při prostém a cyklickém namáhání a DSC diagramy.

Literární průzkum

1 Historie SMA materiálů

Jako každý materiál i materiály SMA prošly po určitou dobu vývojem, při kterém byly testovány a objevovány charakteristické vlastnosti těchto materiálů a jejich komerční využití.

Za objevitele paměťových slitin (Shape Memory Alloys = SMA), u nás též známých jako kovy s tvarovou pamětí, je považován švédský fyzik Arne Olander. Ten si jako první v roce 1932 všimnul při svých pokusech se slitinou zlata (Au) a kadmia (Cd) zajímavého jevu. “Vzniklý kov se za studena choval plasticky a mohl být deformován do různých tvarů. Po zahřátí se vrátil do svého původního tvaru, jaký měl před plastickou deformací“ [1].

V 90. letech 18. století byla objevena v oceli fáze, která dostala název po svém objeviteli Adolfu Martensovi, Martenzit. Tato fáze vzniká při transformaci, která je označovaná podle názvu svého produktu jako martenzitická. Byl to první krok směřující k objevu slitin s tvarovou pamětí. Martenzitická transformace pozorovaná v oceli je nevratná. Po roce 1952 byly objeveny další slitiny s martenzitickou transformací, např.: slitiny InTi a CuZn [2].

Podle výzkumné instituce Naval Ordnance Laboratory (NOL), kde byla slitina niklu a titanu objevena a testována, byla tato slitina označena názvem “NiTiNOL”. Po objevení slitiny NiTiNOLu začal aktivní výzkum slitin s tvarovou pamětí (SMA). Na těchto slitinách se zkoumal vliv mechanického a tepelného zpracování, složení a mikrostruktury na jev tvarové paměti [2, 3].

V roce 1965 studie ukázaly výrazné snížení transformačních teplot u slitiny TiNi přidáním legujícího prvku Co nebo Fe (prvek, který je přidán do slitiny za účelem zlepšení mechanických vlastností). Tato nová slitina představovala první slitinu s tvarovou pamětí, která byla komerčně využita pod názvem Cryofit. Ten byl poprvé použit při spojování trubek ve stíhacím letounu F14 [4].

V roce 1989 byla věnovaná velká pozornost systému NiTiNb, který vykazoval martenzitickou transformaci s širokou teplotní hysterezí. Tato slitina našla využití např. při opravách nukleárních reaktorů. [5]. Další prováděné výzkumy byly zaměřeny na slitinu NiTiCu, která se začala široce využívat v inženýrských aplikacích z důvodu zlepšené únavové životnosti a nízké ceně. Od svého objevení našla slitina NiTi mnoho

komerčních využití. Komerční výrobou stentů v devadesátých letech 20. století nastal průlom i ve využívání této slitiny v biomedicínských aplikacích [2].

1.1 Slitiny s tvarovou pamětí

Technicky zajímavé a využitelné slitiny s tvarovou pamětí patří především do skupiny intermetalických sloučenin, které krystalizují ve výchozím krystalografickém uspořádání (Krystalografická anizotropie, zejména u kovů s kubickou mřížkou, má významný vliv na počátek závislosti napětí – deformace, tj. na vlastnosti materiálu, charakterizující plastickou deformaci, jako je mez kluzu a mez pevnosti). Při ochlazování se tato vysokoteplotní fáze přeměňuje na nízkoteplotní martenzitickou strukturu. Martenzit v materiálech s tvarovou pamětí je na rozdíl od Martenzitu v uhlíkových ocelích měkký a tvárný. Austenitická fáze se při ochlazování mění na Martenzitickou strukturu, přičemž tato změna není doprovázena makroskopickou změnou tvaru. Působením dostatečného napětí dochází ke vzniku trvalé deformace ϵ Martenzitu. Při ohřevu nad určitou teplotu T dochází z důvodu reverzibility termoelastického Martenzitu k přeměně na původní vysokoteplotní fázi Austenit. Současně dochází k samočinné změně tvaru do původní podoby [6].

Mezi slitiny s tvarovou pamětí dále patří:

Ni-Ti (~50 % Ti);	Ni-Al-X (X=Fe,Co) (~37% Al);
Ag-Cd (44 % Ag a 49 % Cd);	Ni-Mn-Ga (~24 % Mn, 25 % Ga);
Ag-Zn (38 % Zn);	In-Ti (18-23 % Ti);
Au-Cd (46 % Au a 50 % Cd);	In-Cd (~5 % Cd);
Cu-Zn-X (X=Si,Sn,Al,Ga) (~40 % Zn);	Mn-Cu (5.35 % Cu);
Ni-Al (~37 % Al);	Ti-Pd-Ni (~36 % Pd);
Cu-Sn (~15 % Sn);	Fe-Ni-X (X=Mn,Si,Co, Ti) (~30 % Ni);
Cu-Au-Zn (~25 % Au, 46 % Zn);	Fe-Cr-Ni-Mn-Si-Co ($X_i < 10\%$);
Ni-Ti-X (X=Cu,Hf,Fe,Zn);	Pb,Zr-TiO ₃ ;[7]

Mezi nejznámější SMA materiály patří NiTiNOL. NiTiNOL pracuje na principu přeuspořádání atomové mřížky vlivem působení teploty. Při teplotě A_s začíná docházet ke tvorbě Austenitické struktury, která je kubická. Tato struktura je ukončena při teplotě A_f ($A_f > A_s$). Při nižších teplotách začíná od teploty M_s tvorba Martenzitické struktury, která je charakterizována silným posunem atomů mřížky. Tato tvorba je ukončena při teplotě M_f ($M_s < A_s$) [8].

1.2 Polymery s tvarovou pamětí - SMP

Jev tvarové paměti není záležitost pouze kovů. Efekt tvarové paměti není ve spojení s polymery vlastnost pouze jednoho polymeru, ale spíše vhodné kombinace polymerní struktury, morfologie polymeru a vhodným výběrem výrobní technologie [9].

V současnosti se používají polymerní materiály jako Polyuretany, Polyesterény, Polynorbornyleny styren-butadienové kopolymery, které mají také tuto schopnost. Tyto materiály jsou atraktivní díky své nízké ceně, snadnému zpracování a vysoké funkci návratu do svého původního tvaru [10].

Polymery s tvarovou pamětí (SMP – Shape Memory Polymers) jsou poměrně novou skupinou inteligentních materiálů. Ve srovnání se slitinami s tvarovou pamětí mají mnoho výhod, jako nízká hustota ρ (od 1,0 do 1,3 g/cm³), levnější a jednodušší výroba. Nejznámější SMP jsou tzv. segmentové polyuretany. Jsou odolné vůči organickým rozpouštědlům, UV záření a mohou být i biokompatibilní [11].

Polymerní materiály jsou charakteristické tím, že nad teplotu T_g jsou v kaučukovitém stavu – lze je lehce deformovat bez výraznější relaxace. To vše za podmínky, že působící čas je nižší než relaxační čas. Pokud je materiál následně ochlazen pod teplotu T_g , je deformace materiálu stabilizována. Tento materiál se vrátí do původního stavu zahřátím nad teplotu T_g . Lze říci, že pro tvarovou paměť je nezbytný rychlý přechod ze skelného do kaučukovitého stavu [10, 12].

Tyto polymery se obecně vyskytují ve dvou fázích. *První fází je tepelně vratná* tzv. reverzibilní fáze. Ta udržuje přechodový stav. *Druhá fáze je tuhá struktura*, která umožňuje návrat do původního stavu. Jako tuhá struktura se používají krystaly, spleteniny nebo zesítnění. Tepelně vratná fáze je vybrána tak, že dochází k vratnému poklesu modulu při vzrůstu teploty nad T_R . Na rozdíl od slitin zde elastická složka s růstem teploty klesá. [10, 13].

Důležitou roli u polymerů s tvarovou pamětí hraje časová konstanta relaxačních a retardačních časů. Tato konstanta se obvykle liší při teplotách nad a pod T_R .

Další skupinou nekovových materiálů s tvarovou pamětí jsou keramiky a gely, které vykazují tvarový efekt reagující při změně teploty [13].

Nejčastěji používanou strukturou použitou při výrobě textilních výrobcích je sendvičová struktura. Uvnitř této struktury je buď fólie, nebo pěna obvykle na bázi polyuretanů. Využití sendvičové struktury je především jako ochrana proti extrémním teplotám [10].

V současné době německý výzkumný tým představil polymerní materiály, které reagují na magnetické pole. Tento efekt je možný díky oxidům železa, které jsou obsaženy v polymeru. Tyto příměsi způsobují přeměnu energie magnetického pole na teplo. Vědci již bylo nalezeno i uplatnění těchto materiálů v moderní medicíně [14].

S nástupem polymerních materiálů s tvarovou pamětí bylo využito jejich vlastností a byly uplatněny jako komponenty do aut např.: tlumiče. V této aplikaci není využíváno SME polymerů, ale používá se vlastnosti polymeru změkčit se po zahřátí [13].

1.3 Tvarová paměť

Slitiny s tvarovou pamětí (dále SMA z anglické literatury je zaveden termín *Shape Memory Alloys*) patří mezi tzv. intermetalika, tj. slitiny, které se svojí strukturou a vlastnostmi liší od jednotlivých složek a jejich vlastnosti nelze jednoduše předpovědět [15].

S pojmem „Tvarová paměť“ se můžeme setkat i u klasické textilie. Po odstranění napětí, které vyvolává deformaci, se textilie postupně vrací do původního zafixovaného stavu. Tento stav byl fixován při teplotě materiálu T a následně v tomto stavu byl materiál ochlazen pod teplotu T [10].

Pro předměty a slitiny s tvarovou pamětí je charakteristický následující průběh chování: předmět ze slitiny SMA je zdeformován (zásadně se změní jeho tvar) a po zahřátí předmětu nad určitou charakteristickou teplotu T se předmět samovolně vrátí nebo se přiblíží svým tvarem ke svému původnímu tvaru. Tato deformace může být velká a změna tvaru výrazná [10].

Kovy a slitiny se skládají z krystalů, což není nic jiného než pravidelná zákonitá struktura skládající se z atomů. Při změně tvaru běžného tvárného kovového materiálu

se atomy posunou. Překročíme-li tzv. mez kluzu, narušíme meziatomové vazby, atomy se přemisťují a vzniká trvalé přetvoření. Tento kluz nenastává při deformaci SMA. Krystaly mění strukturu bez narušení vazeb. Struktura není stabilní a při ohřevu se vrací do stabilnější původní struktury, protože nebyly narušeny meziatomové vazby. Tyto jevy se souhrnně nazývají jevy tvarové paměti [4].

Slitiny SMA vykazují i další velmi atraktivní vlastnosti při mechanickém namáhání, které úzce souvisí s tvarovou pamětí a je možné je souhrnně označit jako "Jevy tvarové paměti". Charakteristické vlastnosti jsou např.: možnost vyvolání SME (Shape Memory Efekt) procházejícím elektrickým proudem U_e , stabilní transformační teploty, výborná odolnost vůči korozi, možnost opakovaného vyvolání SME, větší průtažnost a vysoký stupeň biokompatibility [1].

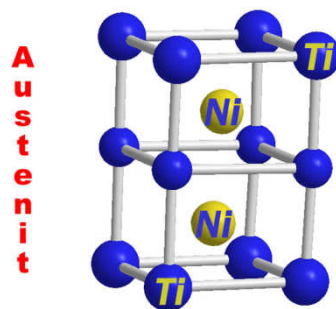
1.4 Jev tvarové paměti – martenzitická transformace

V souvislosti s jevem tvarové paměti hovoříme o tzv. Martenzitické transformaci. Jde o fázový přechod prvního druhu (při teplotě fázového přechodu se skokem mění vnitřní energie U látky a měrný objem v , dochází při něm k přijímání nebo odevzdání tepla fázového přechodu, změny skupenství např. tání, vypařování atd.), který probíhá velice rychle. Fázovou změnu pevného stavu SMA materiálů lze řídit změnou teploty T nebo změnou vnějšího napětí. Výchozí strukturou je **Austenit**. Jedná se o fázi existující při vyšší teplotě, která má charakteristickou kubickou krystalovou mřížku. Fázi vzniklou ochlazením materiálu nebo působením vnějších sil nazýváme **Martenzit**.

Austenit

Tato struktura vzniká při teplotě A_s a končí při teplotě A_f ($A_f > A_s$). Austenit má strukturu s vysoce symetrickou kubickou mřížkou, která je na Obr.1. Jednotlivé vrstvy jsou mezi sebou odděleny zlomy zvanými **dvojčatění**. Pokud na slitinu při transformaci nepůsobí žádné vnější síly, tak si výsledná „krychle“ zachová přibližně tvar i objem, který měla v Austenitu. Tímto způsobem může vzniknout z jednoho Austenitu až 24 různých variant Martenzitu (záleží na symetrii Martenzitu)[8, 9].

Fáze, ve které dochází k transformaci, se nazývá β -fáze. Jedná se o transformaci v rozmezí teplot T od $-150\text{ }^{\circ}\text{C}$ do $+200\text{ }^{\circ}\text{C}$ v závislosti na složení a mikrostruktuře, což závisí především na termomechanickém zpracování [16].



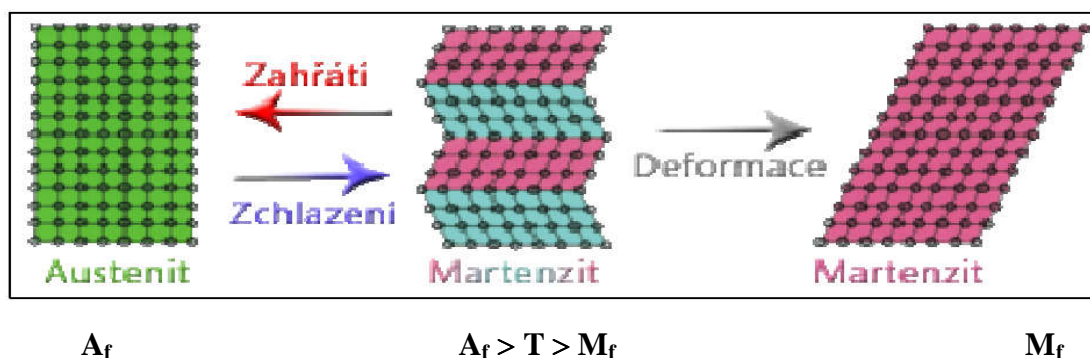
Obr.1 Struktura austenitu [17]

Pod teplotu M_f („horký tvar“) jde o Austenit (viz Obr.4), který je měkký, resp. kujný a obtížně deformovatelný. Nad teplotu A_f („studený tvar“) vzniká tvrdý, snadno deformovatelný Martenzit s chováním, které je blízké titanu. Na rozmezí těchto teplot vzniká superelastický (pseudo-elastický) materiál, který má schopnost návratu do původního stavu po odlehčení [16].

Martenzit

Martenzit je fáze, která vzniká při nižší teplotě M_s působením vnějších sil. Krystalická mřížka Martenzitu na Obr.3, má menší symetrii než krystalická mřížka Austenitu na Obr.2. Tuto strukturální změnu probíhající v Martenzitické transformaci lze zjednodušeně popsat jako tvarovou změnu původních krychlí na kosé kvádry vyvolanou silným posunem atomů mřížky. Tato změna je ukončena při teplotě M_f ($M_f < A_s$), která je patrná Obr.4 [8, 9]. Martenzit má také krystalickou mřížku, ale s nižší symetrií, hovoříme o méně stabilní struktuře než v případě Austenitu. Přechod Austenitu do Martenzitu je na Obr.2 [24].

Martenzitické transformace lze rozdělit do tří základních skupin: transformace a) Austenit-Martenzit; b) Martenzit-Martenzit (mezi dvěma různými Martenzity); c) Martenzit-Martenzit (Martenzity jednoho typu, kdy dochází pouze ke změně orientace mřížky a jeho struktura se nemění – druh vratné plastické deformace) [15].

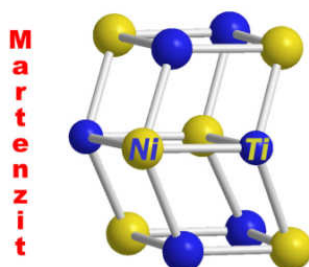


Obr.2 Fázový přechod Austenitu a Martenzitu [17]

Z Obr.2 je patrné, jak se mění Austenit na Martenzit. Během těchto přechodů se mění i napětí σ , teplota T a deformace ε . Celkový proces změny lze charakterizovat 4 kroky:

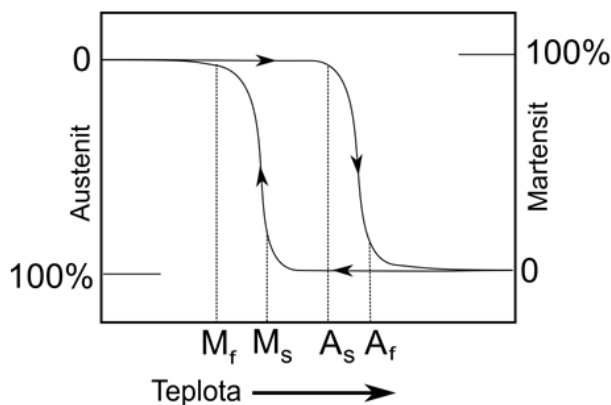
1. Austenit jako výchozí fáze materiálu se ochladí a tím dojde ke změně krystalické mřížky a vznikne Martenzit – nedochází ke změně tvaru materiálu
2. Martenzit je zatížen při nízké teplotě T a dochází ke změně tvaru vzorku – pro dané zatížení se postupně vytvoří nejpříznivější postavení Martenzitu
3. Materiál je odlehčen a chová se podle Hookova zákona při zachování fázového složení
4. Materiál je ohříván nad teplotu Austenitu, mění svoji krystalickou mřížku do svého původního stavu \Rightarrow v tomto okamžiku dochází k Jevu tvarové paměti [15]

V Martenzitickém stavu je prvek snadno deformovatelný. Po ochlazení přechází na téměř jakýkoliv tvar. Jediným omezením je, že deformace nesmí překročit určité napětí (8%) udává literatura [16].



Obr.3 Struktura Martenzitu [17]

Objemový podíl Martenzitické fáze a s ním fyzikální vlastnosti slitiny (barva, elektrický odpor R , modul pružnosti E_p) se mění v tepelném cyklu podle hysterezní křivky zobrazené na Obr.4 [15].



Obr.4 Hysterezní křivka poměru mezi Martenzitem a Austenitem [17]

- M_s : začátek přeměny z Austenitické fáze do Martenzitické fáze při ochlazování
- M_f : konec přeměny z Austenitické fáze do Martenzitické fáze při ochlazování
- A_s : začátek přeměny z Martenzitické fáze do Austenitické fáze při zahřívání
- A_f : konec přeměny z Martenzitické fáze do Austenitické fáze při zahřívání [9]

Vlastnosti stejného materiálu během transformace jsou za stejné teploty T různé podle toho, jestli materiál přechází z Austenitu do Martenzitu nebo naopak. Šířka teplotní hystereze se rovná $M_s - A_s$ viz Obr.4. Šířka může být v rozmezí teplot T od 1 °C až 60 °C a závisí zejména na složení a typu slitiny [9].

Teplotní rozsah transformace $M_f - A_f$ nastává během ohřevu a je vyšší než při opačné transformaci během ochlazování. Rozdíl mezi teplotami transformace (M_s , M_f , A_s , A_f) během ohřevu a ochlazování se nazývá teplotní hystereze. Hystereze je tedy definována jako rozdíl mezi teplotou, při které je materiál z 50 % transformován na Austenit během ohřevu a z 50 % transformován na Martenzit během ochlazování. V praxi to znamená, že slitina navržená tak, aby byla plně transformovaná tělesnou teplotou během ohřevu ($A_f < +37$ °C), by vyžadovala ochlazení na teplotu kolem +5 °C, aby se plně přetransformovala na Martenzit (M_f) [18]. Na Obr.4 je vidět relativní podíl Martenzitu/Austenitu v celé slitině.

Hysterezní chování se projevuje i při působení síly. Důsledkem toho je, že síla nutná pro stlačení či natažení SMA součástky je vyšší než síla, kterou látka působí na své okolí po odtížení. Proto by byly z SMA slitin velmi špatné pružiny, ale na druhou stranu existují využití tohoto efektu hlavně pro tlumení vibrací a podobně [9].

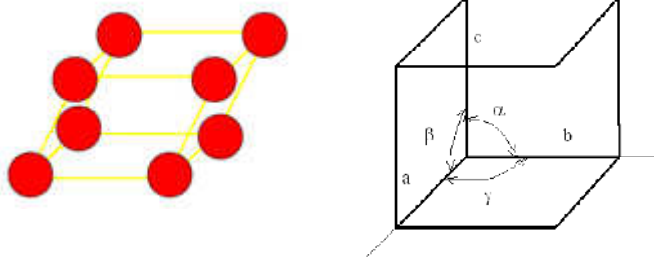
R-fáze (rhombohedral)

R-fáze vzniká za jistých okolností, které závisí na tepelných a mechanických účincích, chemickém složení, deformaci atd. Tato fáze se objevuje mezi transformací Austenitu do Martenzitu. Výsledkem je dvoustupňová transformace [19].

R-fáze je charakteristická svou krystalickou mřížkou, která je vidět na Obr.5. Tato krystalická mřížka se jmenuje Trigonální (Romboedrická). Pro tuto mřížku je charakteristické:

$$a \neq b \neq c$$

$$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$$



Obr.5 Romboedrická (Rhombohedral) krystalická mřížka

1.5 Druhy tvarové paměti

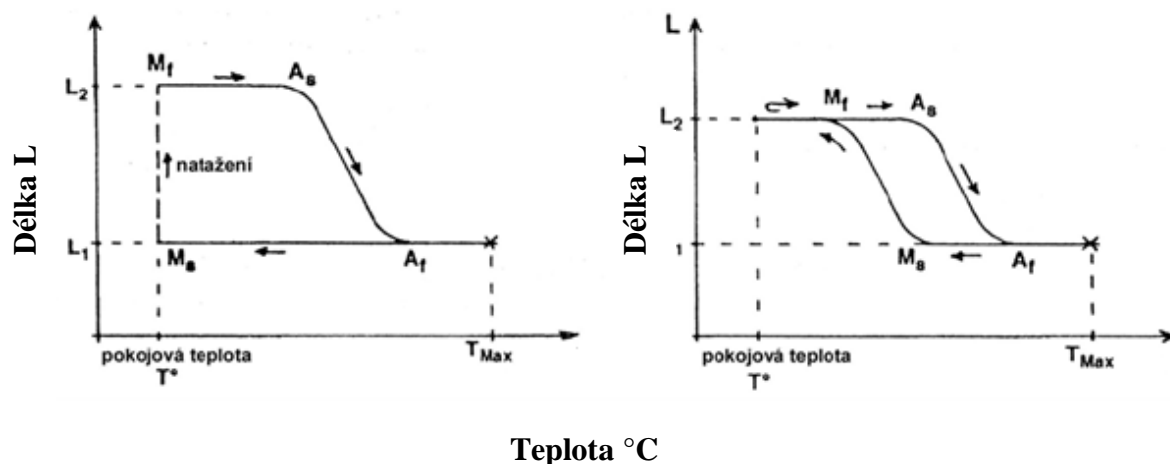
Tvarová paměť slitin je spojena s fázovým přechodem z jedné polohy krystalické mřížky do druhé. Dochází-li k přechodu z Austenitu do 1 varianty Martenzitu, hovoříme o jednosměrné paměti. Dojde-li však k přechodu z Austenitu do jakékoliv ze 24 variant Martenzitu, hovoříme o vícesměrné tvarové paměti.

Jednosměrná paměť

Jednosměrná paměť je schopnost přechodu mezi výchozí polohou (Austenitní) a jen jednou polohou další (Martenzitní). Jedná se o paměťový efekt typu: z Austenitu slitina přejde do Martenzitu, po zahřátí slitina přejde zpět do jediného Austenitu (vrátí se do původního tvaru). Tato transformace je na Obr.6 A [16, 20].

Jednosměrný paměťový efekt vzniká v důsledku probíhající Martenzitické transformace, kterou lze řídit změnou teploty. Mezi Austenitem a Martenzitem jsou charakteristické čtyři transformační teploty A_s , A_f , M_s , M_f . Teplota M_s je teplota, kdy se během ochlazování začíná Austenit měnit na Martenzit, zatímco M_f je teplota, při jejímž dosažení změna transformace M_f končí. Teploty A_s , A_f jsou teploty, při kterých během ohřívání začíná, resp. končí opačná přeměna, tzn. Martenzitu na Austenit.

Tyto teploty představují základní charakteristiku paměťových materiálů s ohledem na jejich aplikaci, výběr materiálů, hodnocení tvarově paměťového efektu a posouzení technologie výroby [21].



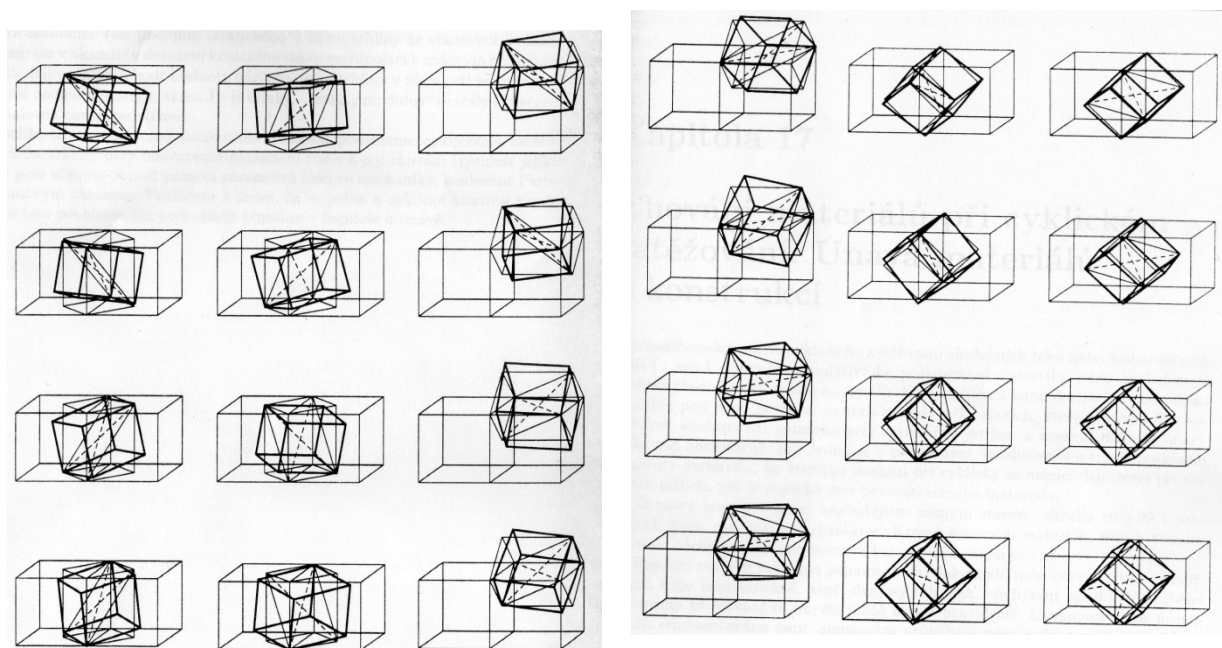
A)

B)

Obr.6 A) Jednosměrná tvarová paměť; B) Vícesměrná tvarová paměť [22]

Vícesměrná paměť

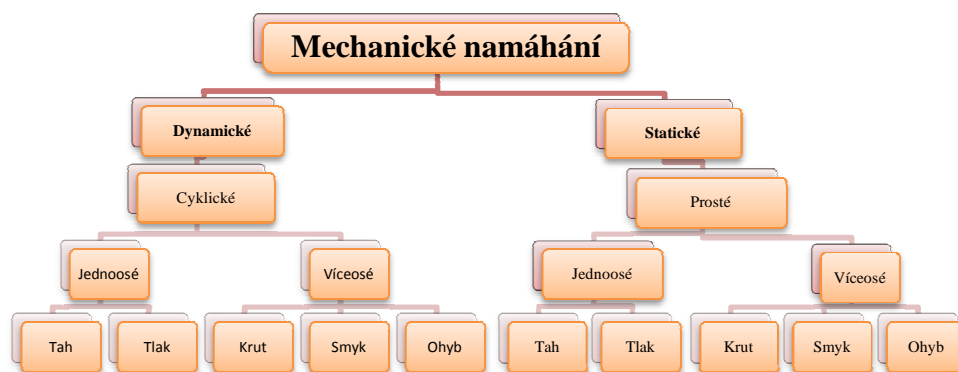
Vícesměrná paměť je schopnost přechodu mezi jednou Austenitní a více Martenzitními polohami při různých změnách vnějších podmínek. Martenzitické fáze jsou na Obr.7. Tuto vícesměrnou paměť je možné „vytrénovat“ z jednocestné. Průběh vícesměrné paměti je vidět na Obr.6 B. Princip je takový, že po ochlazení slitina přejde přednostně přímo do jedné varianty Martenzitu a tím změní tvar, po zahřátí se zase vrátí do výchozího stavu (ke změně tvaru stačí změna teploty). Síla, kterou materiál vyvine při přechodu mezi fázemi je mnohem nižší než u běžných SMA a vratná deformace těchto materiálů je pouze něco okolo 1 %. Pokud je materiálu silně bráněno ve změně tvaru, tak se může dvoucestná paměť ztratit. V technických aplikacích se používají zejména jako pružiny, kdy je změna tvaru o 1 % dost výrazná [16, 20].



Obr.7 24 fází Martenzitu [35]

2 Mechanické a termické projevy materiálů s tvarovou pamětí

Jednotlivé mechanické vlastnosti jsou spojené s chemickým složením materiálů. Pro jednotlivé materiály jsou tyto hodnoty odlišné. Nejčastěji se měří deformace materiálu za určitého namáhání. Namáhání může být jednoosé (tah či tlak) nebo vícero (krut a ohyb). Dále namáhání může působit v jednom cyklu, mluvíme tedy o **prostém** namáhání, nebo ve více cyklech a to v **cyklickém namáhání**. Z časového hlediska lze namáhání rozdělit na **statické**, kde síla působí pomalu a na **dynamické namáhání**, kde síla působí rychle [8]. Rozdělení namáhání je na Obr.8.



Obr.8 Rozdělení mechanických namáhání

2.1 Prosté namáhání v tahu

Vzorek namáhaný prostým tahem je definovaného tvaru a je zatížen osovou silou ve směru nejdelší osy. Zkoušení vzorku se provádí na trhačích strojích různé konstrukce. Vzorek je upevněn do čelistí a je zatěžován pomalu narůstající osovou silou.

Průběh zkoušky namáhání v tahu se nejčastěji znázorňuje pomocí diagramu zkoušky tahem. Diagram znázorňuje závislost napětí a poměrného prodloužení zkoušeného vzorku. Způsob namáhání vzorku tahem je znázorněn na Obr.9.

Při malé ploše průřezu vzorku se předpokládá, že vnitřní normálové síly jsou v průřezu rozděleny rovnoměrně. Zatěžování vzorku v oblasti pružných deformací znamená, že se vzorek po odlehčení zatěžující síly vrací do původního stavu. Zvyšováním síly přejde vzorek do oblasti plastických deformací. V oblasti plastických deformací dochází u vzorku k trvalým (nevratným) změnám. Na vzorku dochází vlivem vnější osové síly nejen ke změně délky vzorku, ale rovněž ke změně průřezu vzorku. V tomto případě již nelze stav napjatosti přepokládat za jednoosý. Napjatost je prostorová a v důsledku toho dochází ke změně průřezu vzorku. Jev, kdy dochází ke

zmenšování průřezu bez nutnosti zvyšování zatěžující síly, se nazývá tečení materiálu, které souvisí se zmenšováním průřezu vzorku. Zmenšování průřezu vzorku pokračuje až do úplného přetržení vzorku. Vzorek se začne zužovat v místě, kde nejdříve vzroste napětí na potřebnou úroveň. Pomocí tahových zkoušek se zjišťují důležité materiálové vlastnosti jako je pevnost σ [Pa] a tažnost ε [%][37].

V této práci budou vzorky zatěžovány až do přetržení. Hodnoty napětí a prodloužení budou zaznamenávány do grafu pomocí použitého měřicího zařízení. Zkoumaný materiál bude zatěžován v oblasti pružné deformace.

Napětí

Napětí je definováno jako poměr vnitřní síly F [N] a příslušné plochy průřezu S [m^2], na které působí vnitřní síla. Proto tedy platí

$$\sigma = \frac{F}{S} \quad [\text{Pa}] \quad (1)$$



Obr.9 Namáhání tahem

Deformace

Při namáhání vzorku ve směru osy dochází k jeho prodloužení – deformaci. Absolutní deformaci lze vyjádřit v absolutních jednotkách jako Δl [mm].

Absolutní deformace:

$$\Delta l = l - l_0 \quad [\text{mm}] \quad (2)$$

Kde l je délka vzorku po deformaci [mm]

l_0 je počáteční délka vzorku tzv. upínací délka [mm]

Aby mohla být tato veličina porovnávána pro různé materiály, provádí se přepočet na relativní jednotky [%].

Relativní deformace:

$$\varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0} = \frac{l - l_0}{l_0} \quad [1] \quad (3)$$

Vynásobíme-li relativní deformaci $\varepsilon \cdot 100$, získáme deformaci zvanou tažnost [%] [30].

Při namáhání dojde ke změně tvaru vzorku v důsledku působení síly. Současně se mění i vzájemná poloha atomů, ze kterých je těleso složeno. V případě, že se po odstranění působící síly vrací těleso do původního tvaru, mluvíme o pružné (elastické) deformaci a platí Hookův zákon na Obr.10 [30].

Hookův zákon:

$$\sigma = E_p * \varepsilon \quad [\text{Pa}] \quad (4)$$

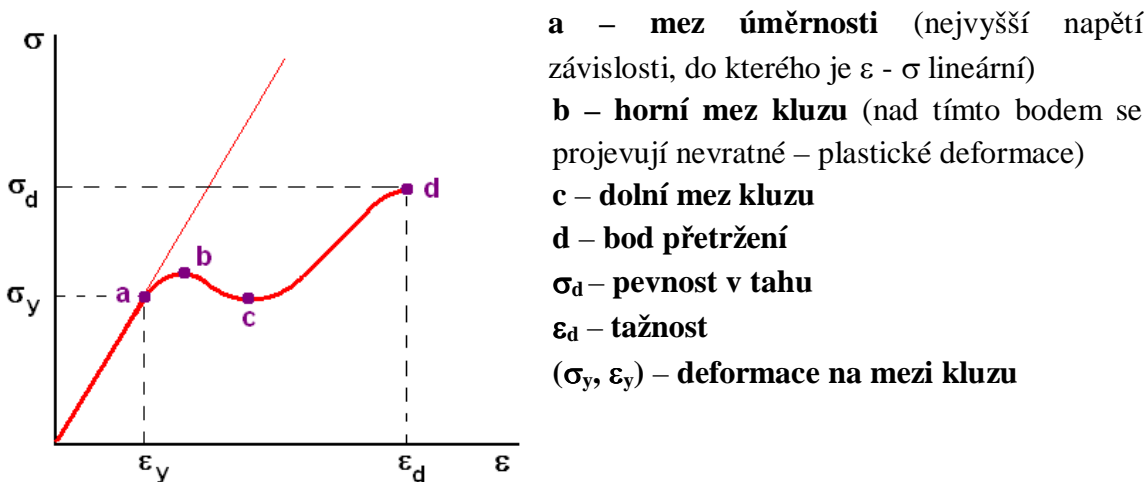
$$E_p = \text{tg} \alpha \quad [\text{Pa}] \quad (5)$$

Kde σ je napětí [Pa]

ε je deformace [1]

E_p je modul pružnosti v tahu (Yongův modul) [Pa]

Tato deformace se vyskytuje především u pružných látek. V důsledku působení sil, může rovněž dojít k nevratným (plastickým) změnám tělesa. Tvar tělesa se po ukončení působení síly nevrátí do původního stavu. V tomto případě jde o nepružnou deformaci tzv. plastickou deformaci. Tato deformace nastává u plastických látek [30].



Obr.10 Grafické znázornění deformační křivky [36]

2.2 Cyklické namáhání

Cyklické namáhání je definováno jako namáhání s pravidelným vzrůstem a poklesem deformace ε [%] a napětí σ [Pa]. Tento postup může být realizován do konstantní deformace nebo se vzrůstající úrovní napětí, nebo do přetrhu. Při vynechání některé části cyklu, hovoříme o polycyklickém namáhání. Cyklické namáhání je možné

realizovat buď v pomalém režimu (pseudostaticky) nebo v rychlém režimu (dynamicky).

V místě únavy materiálu dochází k únavovému lomu. Tento lom vzniká až po delší době nezávadného provozu (zhruba po 10^5 až 10^7 , někdy až po 10^9 cyklech zatížení). V počátečním stádiu se vyvíjí únavová trhлина bez znatelných plastických deformací a to kolmo ke směru největších hlavních napětí [31].

2.3 Termická analýza

Termické analýzy jsou experimentální analytické metody uvedené v Tab.1, při nichž se sledují některé fyzikální nebo fyzikálně-chemické vlastnosti zkoumané látky (pevných látek, minerálů, hornin) v závislosti na čase t [sec] nebo na teplotě T [°C]. Ve většině metod se sledují příslušné vlastnosti systému (hmotnost, energie, rozměr, vodivost apod.) jako dynamické funkce [32].

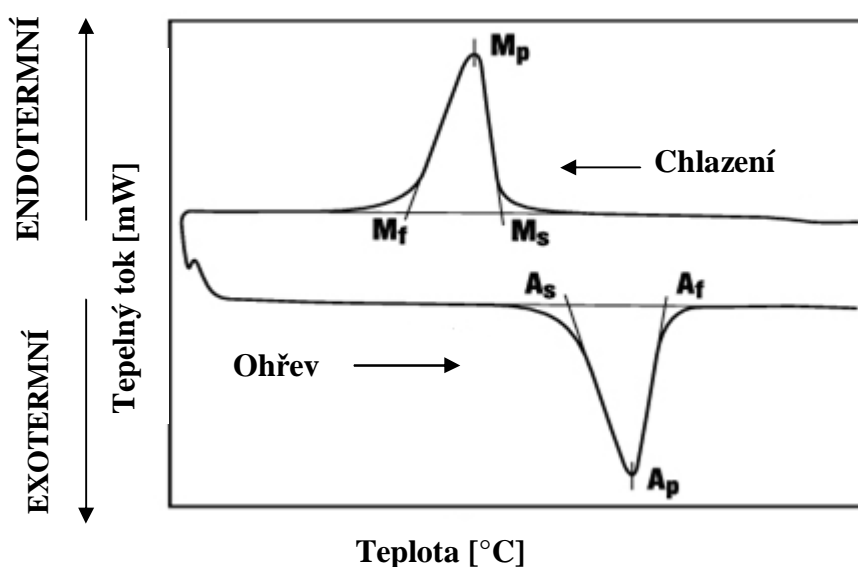
Každý systém má snahu dosáhnout takového stavu za dané teploty, který odpovídá nižšímu obsahu volné entalpie. Příkladem může být přechod látky z jedné krystalické formy do druhé, která má za dané teploty T menší obsah volné entalpie a je tedy stálější.

Tab.1 Základní termické analýzy [32]

Název analýzy	Charakteristika analýzy
DTA Diferenční termická analýza	teplotní rozdíl mezi vzorkem a srovnávanou látkou
DSC Diferenční kompenzační kalorimetrie	množství tepla dodaného vzorku
TGA Termogravimetrie	změna hmotnosti
DTGA Diferenční termogravimetrie	první derivace změny hmotnosti
DMA Dynamicko-mechanická analýza	změna mechanické vlastnosti (modul, tuhost, apod.)
Dilatometrie	změna objemu
Efluenční plynová analýza	množství sledovaného plynu
Pyrolýza	produkty pyrolýzy
Elektrická vodivostní analýza	změna elektrického odporu

2.3.1 Metoda DSC

Sledováním fyzikálních vlastností rozdílných tepelných toků dodávaných do vzorků a referenční látky hovoříme o diferenční kompenzační kalorimetrii. Tato metoda je označována DSC metoda z anglického názvu *Differential Scanning Calorimetry*. Použití DSC kalorimetru je udáváno v rozmezí teplot T od $-170\text{ }^{\circ}\text{C}$ do $+700\text{ }^{\circ}\text{C}$. Při této metodě se vzorek podrobuje lineárnímu ohřevu a rychlost tepelného toku ve vzorku, která je úměrná okamžitému měrnému teplu, se plynule měří. Metoda DSC je vhodná pro měření charakteristických teplot fázového přechodu I. a II. druhu viditelné na Obr.11, i na kvantitativní srovnávání entalpických charakteristik spojených s fyzikálními i chemickými změnami látek [33].



Obr.11 Teoretický DSC výstup křivky pro SMA materiály [24]

Princip měření

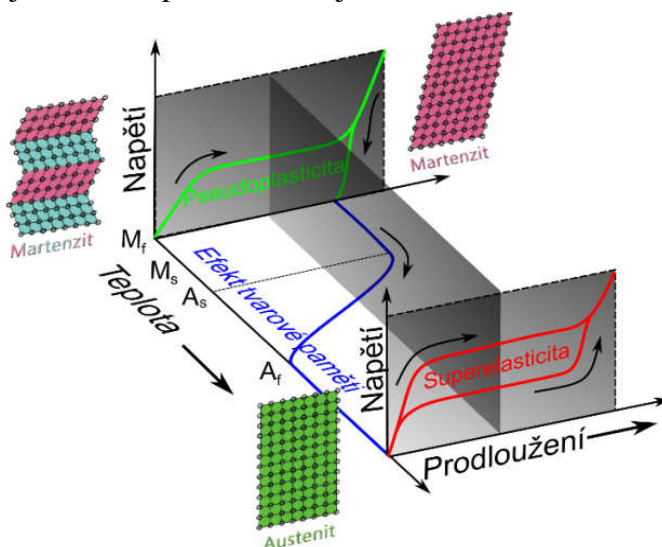
Uvnitř měrného pláště, který je standartně udržován na pokojové teplotě, jsou umístěny dvě symetrické nádoby. Odporový teploměr a topný člen zabudovaný v nosiči vzorku slouží jako primární teplotní kontrola systému. Sekundární teplotní kontrolní systém měří teplotní diferenci mezi oběma nosiči. Tento rozdíl mezi oběma nosiči se upravuje na nulový tepelný proud, který je měřen. Teplota vzorku je udržována jako izotermní se vzorkem srovnávacím (nebo blokem) pomocí dodávání tepla do srovnávacího vzorku. Toto množství, které je potřebné k udržení izotermních podmínek, je zapisováno v závislosti na čase t [sec] nebo teplotě T [$^{\circ}\text{C}$] [32].

Aplikace metody DSC

- Teplota skelného přechodu, mísitelnost polymerů
- Teplota tání, entalpie tání, obsah krystalické fáze
- Teplota a doba krystalizace, entalpie krystalizace
- Oxidační/termická stabilita
- Rychlost sít'ování
- Reakční kinetika
- Čistota [32]

Materiály s tvarovou pamětí (SMA) mají schopnost vrátit se po zahřátí do základního (výchozího) stavu. Komponenty z SMA vykazují např. vysoké vratné (elastické) a neelastické deformace při mechanickém zatížení za konstantní teploty (pseudoplasticita) při zahřátí (tvarová paměť) a jsou schopny vykonávat mechanickou práci při proměnných teplotách. Tvarový projev je způsoben termomechanickým chováním závislým na změnách krystalové struktury.

Mezi základní mechanické projevy SMA materiálů patří superelasticita, pseudoplasticita a jev tvarové paměti, které jsou na Obr.12.



Obr.12 Základní termomechanické efekty [23]

2.4 Pseudoplasticita

Mechanický projev Pseudoplasticita vzniká při namáhání vzorku SMA v tahu a tlaku v Martenzitickém stavu při $T < M_s$. Působí-li na SMA vzorek síla, Martenzit se snadno přetransformuje a přesune se při daném zatížení do jiného Martenzitu.

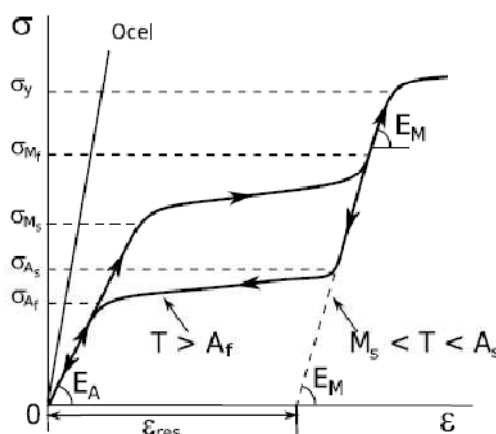
Součástka se deformuje v rozsahu $\pm 5\%$. Postupně se vytvoří nejvýhodnější varianta Martenzitu v daném zatížení. Po překročení meze a při odtížení se zotavený Martenzit chová elasticky. Po zahřátí se SMA vrátí z jakéhokoli Martenzitu zpět do jediné varianty Austenitu a tím opět vzniká jev tvarové paměti [16, 20].

Při ohřevu součástky nad teplotu A_f se Martenzit transformuje zpět do vysokoteplotní Austenitické fáze, přičemž se tvar součástky mění na původní tvar a dochází k vlastnímu jevu tvarové paměti. Je-li deformované součástce při ohřevu bráněno, návrat do původního Austenitického stavu probíhá obtížně a součástka působí na své okolí velkou silou. Pokud se zorientovaný Martenzit transformuje, mění se napětí s teplotou přibližně lineárně [16, 24].

2.5 Superelasticita

Superelastické NiTi materiály mohou být několikanásobně více napjaté, než obyčejné kovové slitiny, aniž by byly plasticky deformovány, což je charakteristické pro chování kaučuku [18, 20].

Jde se o namáhání SMA součástky v Austenitickém stavu $T > A_f$. Současně dochází k Martenzitické transformaci z Austenitu do nejvhodnější Martenzitické varianty. Nedochozí pouze ke změně teploty. Vše je pod vlivem napětí. Deformace (tvarová změna) je omezená, plně vratná, při odtížení v Austenitické fázi má vzorek po odtížení původní tvar. Superelastická deformační křivka na Obr.13 má silně nelineární charakter a je vždy doprovázená hysterezí. Elastická deformace kovových materiálů je malá, běžně kolem 0.7% [24, 25].



Obr.13 Superelasticita SMA materiálů [24]

3 NiTiNOL

NiTiNOL je intermetalická sloučenina (slitina nejméně dvou kovů) NiTi s obsahem cca 50 at.%, příp. 55 hm.% Ni se považuje za základní paměťovou slitinu. Pro změnu teploty z M_s na A_s je v tomto systému definovaná jen úzká oblast s podobnou strukturou (homogenitou) cca 3 %. Při přípravě slitin se tedy musí dbát na přesnou kontrolu složení slitiny a extrémní homogenitu. Tato extrémní homogenita je podmínkou vysoké funkční spolehlivosti a teplotní transformace. Atomy slitin musejí být rovnoměrně rozloženy v celém objemu materiálu. Pomocí přimísení dalších prvků, jako jsou zejména Cu a Fe je možno snížit koncentrační závislost teplot přeměny a dají se navíc dosáhnout příznivější mechanické vlastnosti [6]. Fyzikální a mechanické vlastnosti intermetalické sloučeniny NiTi jsou uvedené v Tab.2.

Tab.2 Vlastnosti slitin NiTi [1, 17, 39]

Vlastnost	Hodnota		Jednotka
	Austenit	Matrenzit	
Teplota tání	1310		[°C]
Hustota	6,45		[g.cm ⁻³]
Tepelná vodivost	18	8,5	[W.°C.cm ⁻¹]
Transformační entalpie	490		[J.kg ⁻¹ .K ⁻¹]
Rozsah transformačních teplot	-200÷110		[°C]
Hystereze	30		[K]
Max. jednosměrného jevu	8		[%]
Max. vícesměrného jevu	1,2		[%]
Max.teplota ohřevu	400		[°C]
Odpor	82	76	[μΩ.cm]
Tepelná kapacita	0,326		[kJ.kg ⁻¹ .K ⁻¹]
Maximální prodloužení	Až 15,5; spíše méně		[%]
Youngův modul pružnosti	Přibl. 83	Přibl. 28÷41	[GPa]
Pevnost v tahu	2		[GPa]

Mezi další vlastnosti těchto materiálů patří korozní odolnost, biokompatibilita. Tyto vlastnosti úzce souvisí s oblastí použití SMA.

Pro experiment je v této DP použit materiál NiTi5 a NiTi6 upravený žíháním. Materiálové listy použitých materiálů NiTi5 a NiTi6 jsou uvedeny v příloze A a v příloze B, které obsahují složení materiálu, základní mechanické a termické vlastnosti.

3.1 Výroba NiTiNOLových vláken

Výroba a formování NiTiNOLu pro specifické účely je složitá záležitost. Titan je velmi reaktivní prvek. Z tohoto důvodu se tavení provádí v ochranné atmosféře. Často se tavení provádí pomocí plasmového oblouku, elektronovými paprsky nebo indukčně ve vakuu. Při tavení Ni-Ti slitin působí nepříznivě především uhlík a kyslík. Tvorbou karbidu titanu a oxidu titanu z NiTi dochází k posuvu koncentrací jednotlivých prvků a tím také dochází ke změně teploty přeměny. Další těžkostí při tavení NiTi slitin je tvorba nízkotavitelné fáze Ti_2Ni , která způsobuje výraznou náchylnost k tvorbě trhlin za tepla. V poslední době je rovněž věnována pozornost aplikaci plazmových postupů tavení reaktivních materiálů, včetně slitin NiTi [6].

Pro tvarování NiTi se zpočátku používají standardní procesy zpracování za tepla i za studena. Během zpracování za studena kov rychle tvrdne a musí být často žíhán. Tvrzením a správným tepelným zpracováním se zlepšují parametry SMA. Při obrábění je vzhledem k vlastnostem NiTiNOLu problematické používání svařování a pájení. Pro vytváření konkrétních tvarů se využívá broušení, stříhání a vrtání [1, 26].

Vlastnosti zkoumaného materiálu NiTiNOLu závisí na chemickém složení a na technologii výroby. Chceme-li dosáhnout změnu těchto výchozích vlastností tak, aby materiál vykazoval tvarovou paměť, je nutno tuto jeho výchozí strukturu upravit. Jako vhodná metoda k požadované úpravě se jeví žíhání pomocí průchodu elektrického proudu.

3.1.1 Elektrický ohřev

NiTiNOLová vlákna jsou kovová vlákna, které mají vlastnost vést elektrický proud prostřednictvím volných elektronů. Tento jev se nazývá elektrická vodivost. Vodivostní elektrony konají v kovovém vodiči tepelný pohyb. Připojíme-li kovový vodič ke zdroji stejnosměrného napětí, vznikne ve vodiči vedle tepelného pohybu uspořádaný pohyb vodivostních elektronů. Pro část elektrického obvodu platí Ohmův zákon [28].

Ohmův zákon – Elektrický proud I [A] procházející kovovým vodičem je přímo úměrný elektrickému napětí U_e [V] mezi konci vodiče. Pro různé vodiče je konstanta úměrnosti mezi I a U_e různá. To umožňuje zavést pro daný vodič za stálé teploty charakteristickou veličinu zvanou elektrický odpor R (rezistence), který je charakterizován vztahem [28]:

$$R = \frac{U_e}{I} \quad [\Omega] \quad (6)$$

Převrácená hodnota R se nazývá elektrická vodivost G (konduktance). Jednotkou vodivosti je Siemens [S]. Pomocí elektrického odporu R resp. elektrické vodivosti G lze vyjádřit Ohmův zákon [28]:

$$I = \frac{U_e}{R}, \quad [A] \quad (7)$$

$$G = \frac{1}{R} \quad [S] \quad (8)$$

Ohmův zákon platí pouze pro lineární vodiče. Pomocí výše uvedených vztahů lze vypočítat základní charakteristiky vodičů.

Pokud prochází spotřebičem o odporu R konstantní proud I , pak platí vztah pro elektrickou práci W [J] [28]:

$$W = U_e \cdot I \cdot t = R \cdot I^2 \cdot t = \frac{U_e^2}{R} t \quad [J] \quad (9)$$

Kde t je doba průchodu proudem [sec]

Pro výpočet množství tepla Q_j [J] dodaného elektrickým proudem při průchodu materiálem s elektrickým odporem platí **Joulův-Lenzův** zákon [28]

$$Q_j = U_e \cdot I \cdot t = R \cdot I^2 \cdot t = \frac{U_e^2}{R} t \quad [J] \quad (10)$$

Toto teplo je použito při žíhání v přípravě experimentu a je nazýváno elektrický PULZ Q_j (definovaný proud U_e [V], elektrické napětí I [A] a čas t [sec]). Hodnoty tepelných vlastností NiTi5 a NiTi6 jsou uvedeny v příloze C.

V literatuře [29] je uváděn vztah pro výpočet žíhací teploty

$$\frac{d}{dt}(T(t) \cdot C) = P - h \cdot (T(t) - T_{ext}), \quad h = K_1 + K_2 T(t) \quad (11)$$

Kde $K_{1,2}$ je transformační koeficienty, které v literatuře uvedeny nejsou

P je elektrický pulz [W]

C je tepelná kapacita závislá na teplotě	[kJ/kg.K]
T je teplota drátu při žhání	[°C]
T _{ext} teplota okolí	[°C]
h je součinitel přestupu tepla	[W/m ² .K]

3.2 Základní oblasti uplatnění

Využití materiálů s tvarovou pamětí je velice široké a souvisí především s cenou materiálu. Největší odvětví, kde se uplatňují slitiny s tvarovou pamětí je medicína.

- **Medicína** – využívá jevu tvarové paměti pro: cévní, průduškové a jiné stenty (jedná se o trubičky, umožňující průchodnost díky roztažení úzkého místa), drobné chirurgické nástroje. Další skupinu tvoří ortodontické dráty v permanentních rovnátkách.

Katetry: jedná se o tenké trubičky, které jsou zaváděny tělními trubicemi do různých tělních dutin. Právě chování trubek ze SMA materiálů v ohybu určuje jedinečné vlastnosti lékařských katetrů. I při průchodu trubicí tvořenou jemnou biologickou tkání sleduje jemné zákruty a mechanicky tkáň nepoškodí. Materiály s tvarovou pamětí mají lepší mechanické vlastnosti, méně zatěžují pacienty, usnadňují unikátní lékařské úkony [15].

Stenty: sítě ve tvaru trubiček připravené spletením z drátu nebo laserovým vyříznutím z tenkostěnné trubičky, jsou lékařskými pomůckami, které hlavně pomáhají zlepšovat průchodnost cév v okolí lidského srdce a jiných důležitých místech krevního oběhu, dále pak průchodnost jiných tělních trubic od žlučovodu až po jícn a střeva. Jsou využívány hned tři vlastnosti SMA – a) superplasticita při komprimaci stentu do trubičky katetru, kterým je dopraven na místo, b) tvarová paměť při roztažení stentu v místě jeho funkce – vlivem tělesné teploty se stent roztáhne do původního tvaru, c) biokompatibilita stentu – materiál stentu je intermetalikum a velmi dobře odolává agresivnímu prostředí lidského těla [15].

Permanentní rovnátka zubů: mají hlavní člen tvořený z elastického drátku, který táhne (rovná) pokřivené zuby do žádaného postavení. Pokud je drátek vyroben z

klasické oceli, má lineární elastické chování. S přiblížením zubu do žádané polohy, síla na zub klesá a drátek je nutno upravit či vyměnit. Použije-li stomatolog drátek superelastický, je síla působící na zuby silně nelineární a navíc vysoce závislá na teplotě v ústech. Superelastické chování drátku znamená, že zub je tažen do žádané polohy [7, 15].

- **Technické aplikace:** jako první aplikace byly použity slitiny NiTi na výrobu sponek a spojek trubek.

Spojky trubek: spojka vyrobená z NiTi je roztažena v Martenzitickém stavu, po vložení spojovacích trubek je trubka zahřátá nad teplotu A_f . Tato spojka se smrští díky působení jevu tvarové paměti a dojde ke spojení trubek. Použití těchto trubek bylo pro bojové stíhačky F-14 v hydraulickém systému [7, 15].

Elektrické konektory (mikroprocesory): slabé zahřátí konektoru uvede v činnost paměťové elementy a dojde tím k mechanickému a elektrickému kontaktu. Po slabém ochlazení se mechanický kontakt uvolní a elektronickou součástku lze snadno vyjmout (rozpojit) [7, 15].

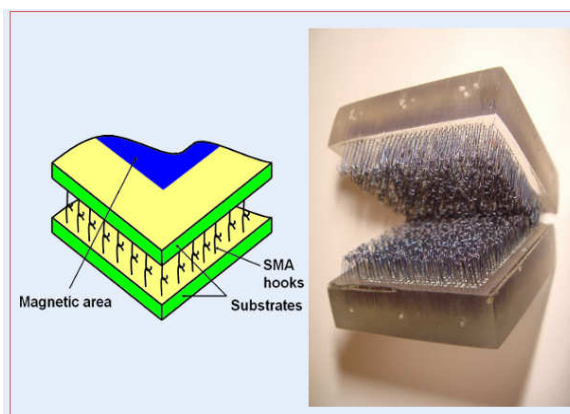
Vodovodní baterie: Při návratu do Austenitu materiál SMA vyvíjí velkou sílu. Tohoto poznatku je využito pro aplikace, kde prvky nahrazují teplotní čidlo, vyhodnocovací jednotku i příslušný akční člen (motor). Oproti klasickým prvkům se s výhodou využívá nelineární teplotní charakteristika, tj. reagují v úzkém oboru teplot, který lze relativně přesně nastavit. Je to například vodovodní baterie, ve které je udržována stálá teplota vytékající vody právě díky pružině z SMA slitiny. Základem jsou dvě pružiny – jedna teplotně a napětově citlivá ze SMA slitiny Ni-Ti a druhá teplotně necitlivá, vytvářející potřebné předpětí. Předpětím se nastaví žádaná teplota vytékající vody a NiTi pružina pohybuje šoupátkem tak, že nastavuje poměr teplé a studené vody. Ochranu před opařením vodou teplejší než 70 °C lze zajistit uzavíracím ventilem pracujícím na stejném principu [7, 15].

Marsovské vozítko: Mars Pathfinder – vozítko bylo vybaveno s detektorem dopadajícího martěanského prachu. Nad elementem slunečního článku bylo umístěno otočné sklíčko, na které padal prach. Detekováno bylo dopadající sluneční záření přes sklíčko a po jeho otočení bez sklíčka. Otočný mechanismus byl poháněn drátkem

NiTi (SMA), jeho zkrácení bylo vyvoláno průchodem elektrického proudu na povel ze Země [7].

- **Mikrotechnika:** mikroventily, mikropumpy, technické prvky, které mají výrazně menší rozměry než klasické při stejných technických parametrech.
- **Superelastické aplikace:** Příkladem takových aplikací jsou *superelastické obroučky brýlí*, které se po odtížení vrací do původního tvaru, navíc jsou příjemné na nošení, netlačí. U *přenosných telefonů* (pracující na nižším kmitočtu než klasické GSM telefony) jsou antény zhotoveny ze superelastické slitiny, díky tomu vydrží i hrubší zacházení [7].
- **Textilní aplikace:** Košile s tvarovou pamětí, která se sama vlivem lidského tepla "vyžehlí", změni délku oděvu (vyhrnutí rukávů) [7].

SMA suchý zip - nová aplikace slitin s tvarovou pamětí - Byl vyvinut nový typ suchého zipu využívající mikroháčky z NiTi vláken s tvarovou pamětí, který je vidět na Obr.14. Tento nový design háčků odstraňuje některé nevýhody klasického suchého zipu, jakými jsou např. hlučnost při rozepínání, opotřebení háčků po několika tisících cyklech spojení a rozepnutí. Využití NiTi vláken pak dále přináší řadu nových funkčních vlastností jako např. velká maximální pevnost spojení, kterou je možné teplotně řídit. Na nový suchý zip byla podána patentová přihláška PV 2008-568 u Českého patentového úřadu [27].



Obr.14 Schéma a prototyp suchého zipu z SMA [27]

Technické textilie – tepelně upravené 3D textilie s nitinolovými vlákny s tvarovou pamětí, proměnou tuhostí a proměnou strukturou. Uplatnění nitinolových textilií také jako tlumících a nárazu odolných textilií.

Biomedicínské textilie – superelastické textilie určené pro růst buněk [38]

Experimentální část

4 Popis experimentu

Pro testování je zvolen paměťový materiál, slitina Nicklu a Titanu označený NiTi5 a NiTi6. Vzorke NiTi5 a NiTi6 se liší chemickým složením vlákna, průměrem vlákna, mechanickými a termickými parametry uvedenými v materiálových listech v příloze A a B.

Experimentální část práce je zaměřená na studium chování NiTiNOlových vláken NiTi5, NiTi6 upravených elektrickými pulzy Q_j [J] (definovaný proud U_e [V], elektrické napětí I [A] a čas t [sec]). Konkrétně je zaměřena na studium prostého a cyklického namáhání, na studium změn modulů, studium změn hystereze u cyklických experimentů v 1., 5., a 10. cyklu namáhání a na studium změn diagramů DSC. Na testovaných materiálech jsou sledovány základní mechanické vlastnosti vláken – tahové napětí σ [MPa], deformace (tažnost) ε [%], síla při přetrhu F [N], moduly E (počáteční modulu E_p , modulu ve 3 % tažnosti $E_{3\%}$, modulu v 6 % tažnosti $E_{6\%}$, modulu v 10 % tažnosti $E_{10\%}$) [MPa].

Pro úplnost informací je nutno uvést, že pro experiment byla použita vlákna, na kterých byly provedeny testy zjišťující zvukové moduly.

Předpoklad

Tvarová paměť je spojena se změnou vnitřního uspořádání krystalické mřížky. Této změny se docílí pomocí žhání. Během tohoto procesu dojde k fázové transformaci, jejíž důsledky budou sledovány při testování mechanickými a termickými testy. Tato fázová transformace může být:

- **Skoková (rychlá) transformace** \Rightarrow kdy dojde ke změně krystalické mřížky rychle a delší doba žhání nemá zásadní vliv na změnu parametrů
- **Časově závislá transformace** \Rightarrow zde bude docházet ke změnám krystalické mřížky v závislosti na čase

4.1 Testovaný materiál

Pro testování je použit paměťový materiál NiTi5 a NiTi6 s odlišným složením uvedeném v Tab.3 a rozdílným průměrem. Vzorek je upravený žíháním pomocí elektrických pulzů Q_j [J] (definovaný proud U_e [V], elektrické napětí I [A] a čas t [sec]) viz Tab.4. Další údaje týkající se materiálu jsou přiloženy v materiálových listech uvedených v příloze A a B. Takto připravený materiál je podroben testování na dynamometru a na přístroji DSC. Při testování na dynamometru jsou sledovány tahové křivky vláken – závislost napětí na deformaci. Při měření na přístroji DSC jsou sledovány charakteristické křivky – závislost teploty na tepelném toku.

Tab.3 Chemické složení vláken

	Uhlík	Chrom	Nickl	Titan	Měď	Kobalt	Železo	Vodík	Kyslík	Niobium	Ostatní
	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%
NiTi5	0,034	0,01	54,82	44,56	0,1	0,05	0,05	0,005	0,0212	0,025	0,33
NiTi6	0,004	0,005	55,24	44,49	0,005	0,005	0,01	0,0014	0,036	0,005	0,2

4.2 Žíhání vzorků

Podstatou žíhání je: ohřev vzorku na žíhací teplotu (pro různé materiály a způsoby žíhání různá), setrvání (výdrž) na této teplotě po určitou dobu a potom následné velmi pomalé ochlazování.

Na napájecím laboratorním zdroji typu 2229 STATRON byly nastaveny parametry pulzů odlišné pro jednotlivé NITINOLy uvedené v Tab.4. Délka vlákna l byla odměřena z cívky dle typu NiTiNOLu. Na konec vlákna bylo připevněno závaží o hmotnosti $m_z = 22$ g z důvodu vyrovnaní vlákna při žíhání. Do připraveného vlákna byl pomocí dvou svorek přiveden ze zdroje proud U_e [V], který procházel vláknem po určitou dobu t [sec]. Žíhání bylo provedeno v laboratoři TU v Liberci za podmínek:

- Teplota vzduchu: 20 ± 2 °C
- Vlhkost vzduchu: 65 ± 2 %

Tab.4 Parametry materiálů NiTi5 a NiTi6

	Nežiháný	Žihání [sec]					D [mm]	L [mm]	A _s [°C]	A _p [°C]	A _f [°C]	U [V]	I [A]	m _z [g]
		2	4	8	10	16								
NiTi5	*	*	*	*	X	*	0,2	600	95	108	72,82	40	1,3	22
NiTi6	*	*	*	X	*	*	0,1	400	113	88,6	93,01	40	0,36	22

* – testovaný materiál; X – netestovaný materiál; D – průměr vlákna; L – délka vlákna;

A_s – teplota ve fázi Austenit start; A_p – teplota piku ve fázi Austenit; A_f – teplota ve fázi Austenit finish; U_e – napětí; I – proud; m_z – hmotnost závaží.

Odlišné doby žihání u vláken NiTi5 a NiTi6 byly zvoleny z důvodu porovnání rychlosti „dokonalosti“ napřímení vlákna na tepelném zdroji (žehlička). Vyžíhaná vlákna byla položena na tepelný zdroj, a vizuálně se hodnotila doba a míra narovnání vlákna do vyžíhaného (rovného) tvaru.

Rychlost napřímení vláken NiTi5 žíhaných 4 a 8 sec byla téměř totožná. Následně byla zvolena i krajní hodnota z důvodu porovnání napřímení vlákna po kratším a delším časovém intervalu žihání.

Rychlost napřímení vláken NiTi6 žíhaných 2 a 4 sec byla taktéž téměř totožná. Z tohoto důvodu byla následně zvolena doba žihání 10 sec pro porovnání s dobrou žihání 16 sec. Rychlost napřímení vláken NiTi6 žíhaných 10 a 16 sec byla téměř totožná.

Pro experiment je použit vlákenný materiál o konkrétních rozměrech (m – hmotnost vzorku [kg], S – plocha vzorku [m²]). Při využití zákona o zachování energie a při určitých zjednodušeních platí

$$U \cdot I = C \cdot \frac{dT}{dt} + h \cdot S \cdot T \quad (12)$$

Kde $U \cdot I$ je přivedená energie elektrickým pulzem

$C \cdot \frac{dT}{dt}$ je množství tepla potřebné pro ohřátí vzorku

$h \cdot S \cdot T$ je množství energie odvedené okolním prostředím

Řešení takového typu diferenciální rovnice vede k výsledku

$$T = \frac{U \cdot I}{h \cdot S} \cdot (1 - e^{-\frac{h \cdot S}{m \cdot C} \cdot t}) \quad [^{\circ}\text{C}] \quad (13)$$

Kde t je doba trvání elektrického pulzu [sec]

Literatura [39] udává transformační koeficienty h v rozmezí hodnot od 5-500 [W/m².K]. Za předpokladu, že $h = 350$ [W/m².K] jsou vypočítány žíhací teploty v Tab.5.

Hodnoty žíhací teploty vypočtené dle rovnice (13) pro jednotlivé vzorky jsou uvedeny v Tab.5.

Tab.5 Žíhací teploty

Žíhací teplota	Jednotka	NiTi5				NiTi6			
		2 sec	4 sec	8 sec	16 sec	2 sec	4 sec	10 sec	16 sec
T	°C	401,00	401,54	401,54	401,54	315,69	316	316	316

Výpočtem žíhací teploty se potvrzuje, že teplota vzorku při žíhání vzroste během 2 sec a potom se výrazně nemění. Tuto závislost potvrzuje i literatura [29], kde rovněž nejvyšších teplot při žíhání dosáhly do 2 sec.

Výpočet teploty podle rovnice (13) je pouze informativní, protože konkrétní součinitel přestupu tepla h z vlákna do vzduchu se pro daný typ materiálu nepodařilo zjistit. Proto je v dalších grafech pracováno pouze s elektrickým pulzem Q_j .

4.3 Testování prostého a cyklické namáhání

Pevnost a tažnost jsou základní mechanické vlastnosti, které se zjišťují na dynamometrech (trhacích strojích). Pro toto měření je použito měřící zařízení dynamometr uvedený na Obr.15. Testování bylo provedeno v laboratoři TU v Liberci.

Zkoušky byly provedené za podmínek:

- Teplota vzduchu: 22 ± 2 °C
- Vlhkost vzduchu: 65 ± 2 %

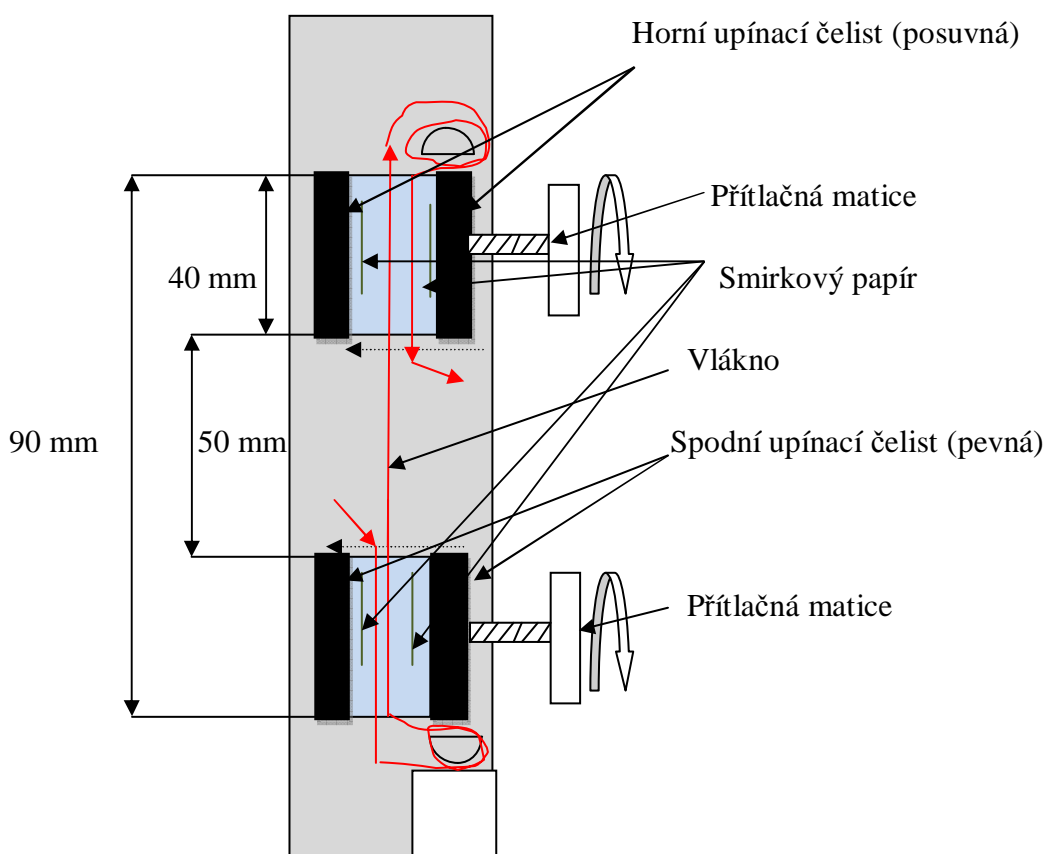


Obr.15 Přístroj LabTech

Přístroj je vybaven svěrnými čelistmi, z nichž jedna čelist je pevná a druhá čelist se pohybuje konstantní rychlostí po celou dobu zkoušky. Měřící přístroj LabTech je napojen na počítač, ve kterém se nastavují základní parametry uvedené v kapitole 4.3.1 a 4.3.2.

Vzorky NiTiNOlových vláken předem připravené žíháním (viz Tab.4), byly upraveny na délku 300 mm z důvodu upínání do měřících čelistí. Vlákná byla vložena do svěrných čelistí „samosvorným“ způsobem s vložením smirkového papíru proti prokluzu vláken v čelistech při testování. Schéma upínání vláken samosvorným způsobem je uvedeno na Obr.16. Tímto způsobem byla upínána vlákna proto, aby se zabránilo prokluzu vláken v čelistech během testů. Z Obr.16 je možné určit délku vlákná potřebnou pro upínání do čelistí.

Samosvorné upínání vláken:



Obr.16 Upínání vláken do čelistí

Při spuštění programu přístroje dochází k posuvu horní čelisti až do přetrhu vlákna za současného zaznamenávání síly F [N] a prodloužení Δl [mm]. Tyto hodnoty jsou výstupem z programu LabTest. Program zpracoval hodnoty dle normy ČSN EN 10002 [40]. Testování pevnosti vláken je provedeno dle normy [41]. Při testování byl použit senzor o měřicím rozsahu 0-100 N.

Výstupní veličiny se volily předem při tvorbě definice pro jednotlivé materiály. Pro každou sadu vzorků (nežíhaný, 2 sec žíhaný, 4 sec žíhaný, 8(10) sec žíhaný, 16 sec žíhaný materiál) bylo provedeno 20 měření, protože každá sada obsahovala 20 ks vzorků.

4.3.1 Parametry prostého namáhání

Jako základní parametry testů NiTi5 a NiTi6 pro prosté namáhání do přetrhu byly zvoleny:

	NiTi5	NiTi6
Průměr vlákna	0,2 mm	0,1 mm
Upínací délka (vzdálenost mezi čelistmi)	50 mm	
Předpětí vlákna	0,01 N	
Rychlost posuvu čelisti do předpětí	10 mm/min	
Rychlost posuvu čelisti v průběhu zkoušky	50 mm/min	

4.3.2 Parametry cyklického namáhání

Jako základní parametry testů NiTi5 a NiTi6 pro cyklické namáhání do přetrhu byly zvoleny:

	NiTi5	NiTi6
Průměr vlákna	0,2 mm	0,1 mm
Upínací délka (vzdálenost mezi čelistmi)	50 mm	
Rychlost posuvu čelisti do předpětí	10 mm/min	
Rychlost posuvu čelisti v průběhu zkoušky	20 mm/min	
Předpětí vlákna	0,01 N	
Počet cyklů	10	

4.4 Testování na DSC přístroji

Testování materiálů NiTi5 a NiTi6 připravených žíháním i bez úpravy (charakteristika metody je uvedena v kapitole 2.3.1), je provedeno na měřícím zařízení PERKIN ELMER Diferential Scanning Calorimeter DSC 6. Přístroj DSC je umístěn na katedře Textilních materiálů budova B. Testování bylo provedeno za klimatických podmínek:

- Teplota vzduchu: 20 ± 2 °C
- Vlhkost vzduchu: 65 ± 2 %

Princip měření přístroje DSC PERKIN ELMER je uveden v kapitole 2.3.1.

Testovací zařízení PERKIN ELMER DSC 6, na kterém je provedeno měření, pracuje na principu – vzorek je ohříván do mezní teploty nastavené uživatelem a potom následně ochlazován.

Při testování vzorků na přístroji DSC je křivka vykreslována v opačném pořadí, než je uvedeno na Obr.1. Charakteristickým znakem je pík = ostré maximum na křivce znázorňující závislost 2 veličin. Pík A_p (EXOTERMNÍ DĚJ) směřuje směrem nahoru a vzniká při dodávání energie (uvolnění tepla). Pík M_p (ENDOTERMNÍ DĚJ) směřuje směrem dolů a vzniká při chlazení (spotřeba tepla).

Postup při přípravě a měření vzorků:

1. příprava prázdných kalíšků a víček \Rightarrow zvážení na vahách
2. odvážení vláken na vahách
3. příprava vzorků - nastříhání vláken na malé kousky
4. umístění vláken do připravených kalíšků
5. zavíčkování kalíšků
6. zalisování kalíšků v lisovači
7. umístění zalisovaných kalíšků do přístroje a nastavení parametrů
8. spuštění přístroje za přítomnosti dusíku v měřící peci
9. vyhodnocení výsledků v programu PE PYRIS SERIES DSC – 6

Do programu byly zadány hodnoty (parametry), při kterých byly vzorky měřeny:

- počáteční teplota 25 °C
- ohřev z 25 °C na 250 °C při rychlosti ohřevu 10 °C/min
- chlazení z 250 °C na 25 °C při rychlosti chlazení 10 °C/min
- hmotnost vzorku vláken uvedené v Tab.6

Tab.6 Hmotnosti vláken, misky + víčka – přístroj DSC

Vzorek	NiTi5 – doba žíhání [sec]					NiTi6 – doba žíhání [sec]				
	Bez	2 s	4 s	8 s	16 s	Bez	2 s	4 s	10 s	16 s
Hmotnost vzorku [mg]	10,8	14,7	14,9	12,4	15,8	12,5	14,2	13,8	12,4	10,2
Hmotnost kalíšku+víčka [mg]	24,7	24,6	24,6	24,6	24,5	24,5	25	24,6	24,4	24,6

Vstupní parametry byly voleny s ohledem na rozsah přístroje. Dále se vycházelo z předem známých vlastností NiTi vláken (teplota tání $T_m = 1310$ °C). Rozsah přístroje při měření teplot je do +450 °C a z tohoto důvodu nebylo možno ověřit T_m NiTi vláken.

Po vložení vstupních parametrů materiálu a nastavení hodnot pro ohřev a chlazení, byl program zpuštěn za současného zaznamenávání změny entalpie H [mW] v závislosti na teplotě T [°C]. Po ukončení cyklu měření, byly naměřené křivky vyhodnoceny. Vyhodnocování bylo provedeno v samotném programu PE PYRIS SERIES – DSC6.

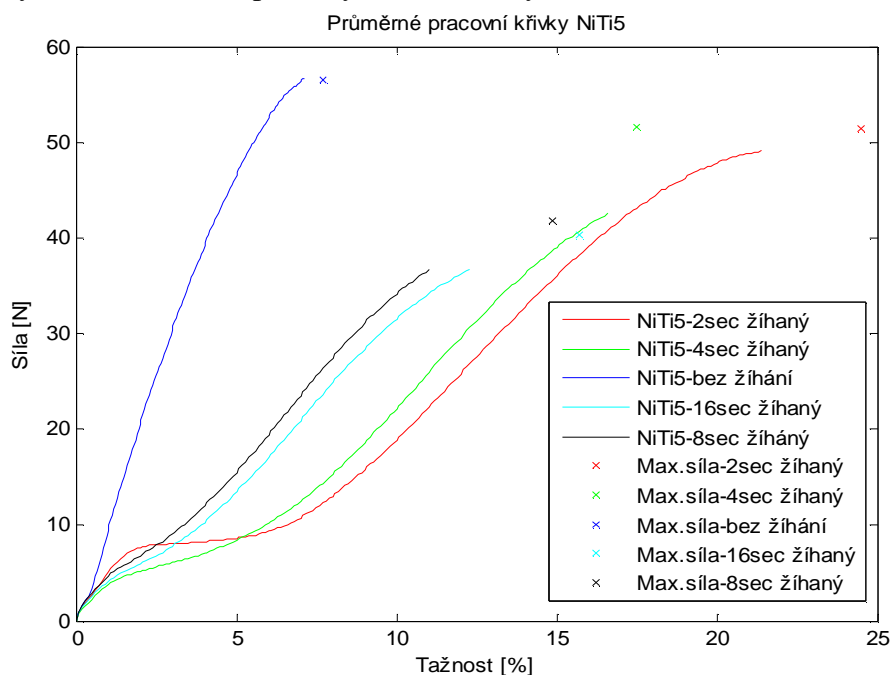
5 Vyhodnocení prostého a cyklického namáhání

Vzorky vláken NiTi5 a NiTi6 předem připravené žíháním viz kapitola 4.2 jsou připraveny pro testování na přístroji dynamometr. Postup provedení zkoušky je uveden v kapitole 4.3. Podmínky nastavené před testováním jsou uvedeny v kapitole 4.3.1 a 4.3.2.

5.1 Prosté namáhání vláken NiTi5

Testovaný materiál byl proměřen dle postupu uvedeného v kapitole 4.3 za současného zaznamenání hodnot síly F [N] a prodloužení Δl [mm] materiálu. Tyto hodnoty byly exportovány do výpočetního programu, ve kterém bylo vyčísleno napětí σ [GPa] dle vztahu (1) a deformace materiálu ε [%] dle vztahu (3). Naměřené průměrné hodnoty napětí a deformace při přetrhu včetně intervalu spolehlivosti IS jsou uvedeny v Tab.7. Tato tabulka také obsahuje hodnoty počátečních modulů E_p a moduly v průběhu zkoušky ($E_{3\%}$, $E_{6\%}$, $E_{10\%}$ [GPa]) včetně intervalů spolehlivosti IS.

Grafické zpracování výsledků bylo provedeno ve výpočetním programu Matlab R2009b. Výstupem z programu byly tahové pracovní křivky přiložené v příloze D1 Obr.1 – Obr.10. Pro porovnání průběhů křivek, bylo ve výpočetním programu Matlab vytvořen program, pomocí kterého byly vykresleny průměrné křivky (z 20 měření) závislosti síly F [N] na deformaci ε [%], zobrazené na Obr.17. Na těchto křivkách byly sledovány charakteristické průběhy závislostí síly na deformaci.



Obr.17 Závislosti síly na deformaci – NiTi5

Na Obr.17 jsou vidět změny v průbězích tahových pracovních křivek vláken, upravených odlišnými elektrickými pulzy Q_j , které jsou vyjádřeny dle vztahu (10).

Nežíhaný materiál má charakteristický průběh křivky podobný pro OCEL. Napětí (pevnost) při přetrhu nežíhaného vlákna se pohybuje kolem 1,8 GPa, což je v porovnání s ostatními křivkami nejvyšší napětí při přetrhu, ale tažnost při přetrhu se pohybuje pouze okolo 9 %. Síla při přetrhu vlákna se pohybuje okolo 56,48 N.

Materiál žíhaný 2 sec má pevnost při přetrhu přes 1,64 GPa a tažnost při přetrhu 24,5 %. Průběh křivky má charakteristické tzv. **Plató**. V této oblasti roste tažnost, ale napětí roste pouze minimálně. Pevnost při přetrhu vlákna je nižší než u materiálu nežíhaného, ale nejvyšší ze vzorků žíhaných. Síla při přetrhu se pohybuje okolo 51,363 N.

Nejnižší napětí při přetrhu vykazuje materiál žíhaný 16 sec, u kterého se toto napětí (pevnost) pohybuje kolem hodnoty 1,28 GPa a síla při přetrhu odpovídá hodnotě 40,226 N. Tažnost při přetrhu vzorků žíhaných 16 sec se pohybuje okolo 15,7 %. V porovnání se vzorky žíhanými 16 sec mají materiály žíhané 8 sec vyšší sílu 41,8 N. Tažnost při přetrhu je nižší než u vzorků žíhaných 16 sec a to 14,87 %.

Na Obr.17 lze vidět, že s rostoucí dobou žíhání klesá síla při přetrhu: 2 sec (51,363 N), 4 sec (48,546 N), 8 sec (41,792 N) a 16 sec (40,226 N). Tažnost při přetrhu tuto závislost nevykazuje.

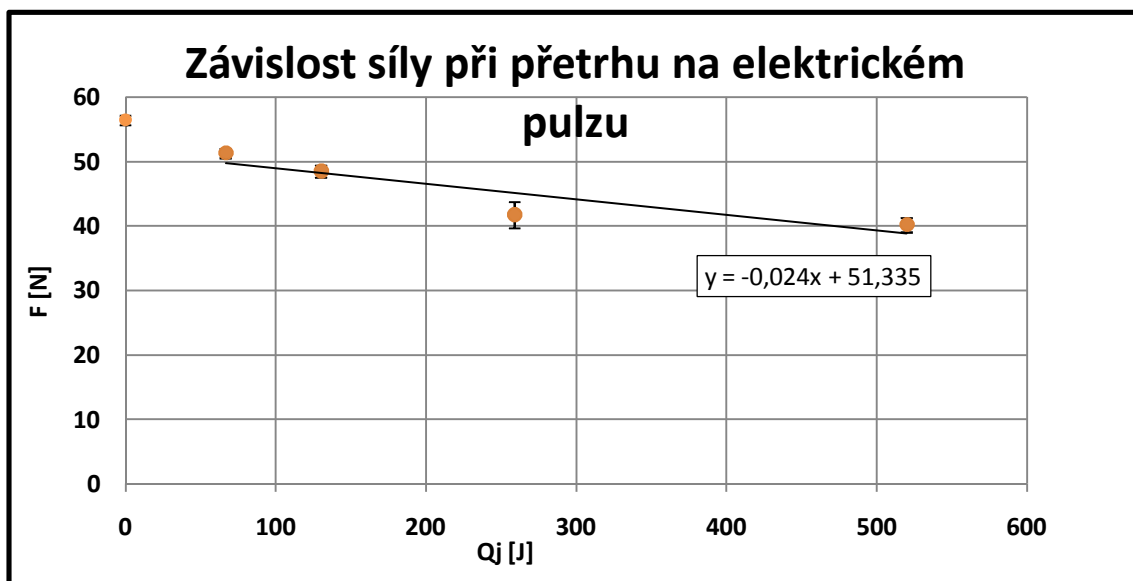
5.1.1 Závislosti mechanických parametrů vláken NiTi5

Žíhání vláken při přípravě experimentu ovlivní mechanické parametry. Porovnáním hodnot parametrů při přetrhu vzorku v závislosti na elektrickém pulzu Q_j lze zjistit, jaká je charakteristická závislost těchto parametrů. Do závislosti jsou zahrnuty pouze hodnoty žíhaných vláken.

Mechanické parametry síla F [N], tažnost ε [%], napětí σ (pevnosti) [GPa], počáteční modulu E_p , modulu ve 3 % tažnosti $E_{3\%}$, modulu v 6 % tažnosti $E_{6\%}$, modulu v 10 % tažnosti $E_{10\%}$ byly porovnány v závislosti na elektrickém pulzu Q_j [J] a jsou uvedeny na Obr.18 – Obr 21. V Tab.7 jsou uvedeny průměrné hodnoty naměřených parametrů F , σ , ε při přetrhu a jejich intervaly spolehlivosti IS. V Tab.7 jsou také uvedené moduly E_p , $E_{3\%}$, $E_{6\%}$, $E_{10\%}$ [GPa] a jejich intervaly spolehlivosti. Hodnoty v grafech byly vyneseny v pořadí: bez žíhání, 2 sec, 4 sec, 8 sec a 16 sec.

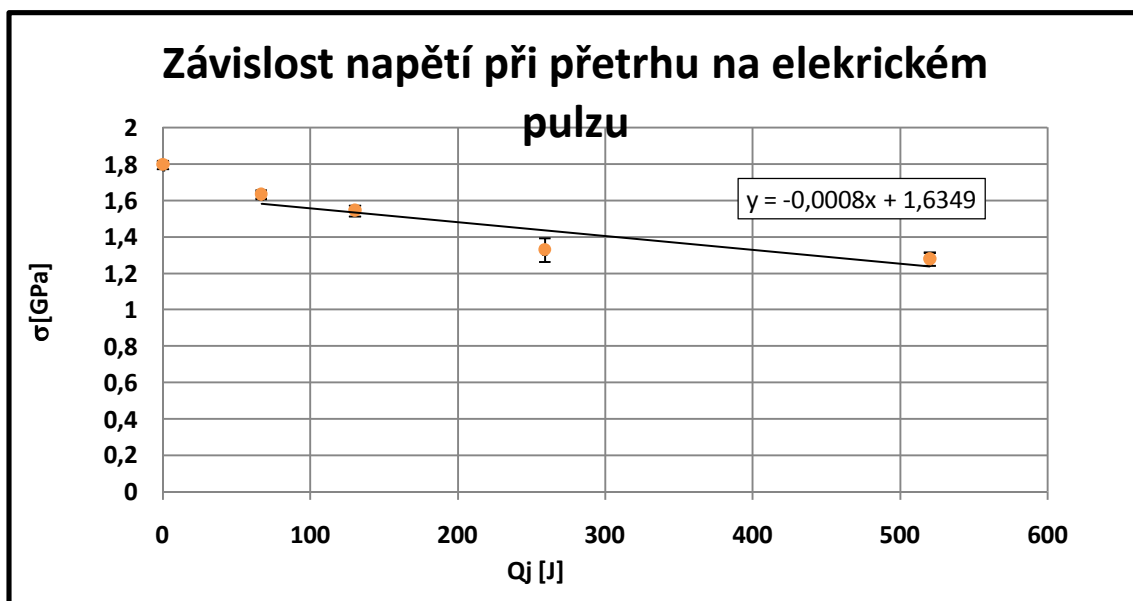
Tab.7 Naměřené parametry – NiTi5

Parametr	Jednotka	NiTi5				
		Bez žíhání	2 sec žíhaný	4 sec žíhaný	8 sec žíhaný	16 sec žíhaný
Qj	J	-	66,76	130,28	259,00	520,00
IS		-	(65,68;67,83)	(129,73;130,83)	(257,66;260,35)	(515,52;524,65)
Δl	mm	3,85	12,25	8,76	7,43	7,85
IS		(3,73;3,97)	(11,43;13,07)	(7,69;9,83)	(6,85;8,01)	(7,5;8,2)
ε	%	7,69	24,51	17,52	14,87	15,7
IS		(7,45;7,93)	(22,89;26,13)	(15,38;19,66)	(13,7;16)	(15;16,4)
F	N	56,48	51,36	48,55	41,79	40,23
IS		(55,75;57,21)	(50,42;52,3)	(46,53;50,56)	(40,66;42,92)	(39,48;40,98)
σ	GPa	1,8	1,64	1,55	1,33	1,28
IS		(1,78;1,82)	(1,61;1,67)	(1,48;1,61)	(1,291,37)	(1,26;1,31)
E_p	GPa	65,49	46,83	42,16	46,21	46,48
IS		(52,84;78,15)	(36,99;56,68)	(37,57;46,74)	(39,53;52,89)	(38,41;54,55)
$E_{3\%}$	GPa	33,11	8,74	6,54	9,87	8,78
IS		(31,67;34,55)	(8,02;9,46)	(5,97;7,11)	(8,1;11,64)	(7,57;9,98)
$E_{6\%}$	GPa	26,93	5,19	5,36	10,18	9,18
IS		(25,51;28,34)	(4,62;5,75)	(4,77;5,95)	(8,66;11,71)	(8,05;10,32)
$E_{10\%}$	GPa	-	6,62	6,97	10,88	10,1
IS		-	(5,49;6,75)	(6,29;7,65)	(10;11,75)	(9,49;10,69)



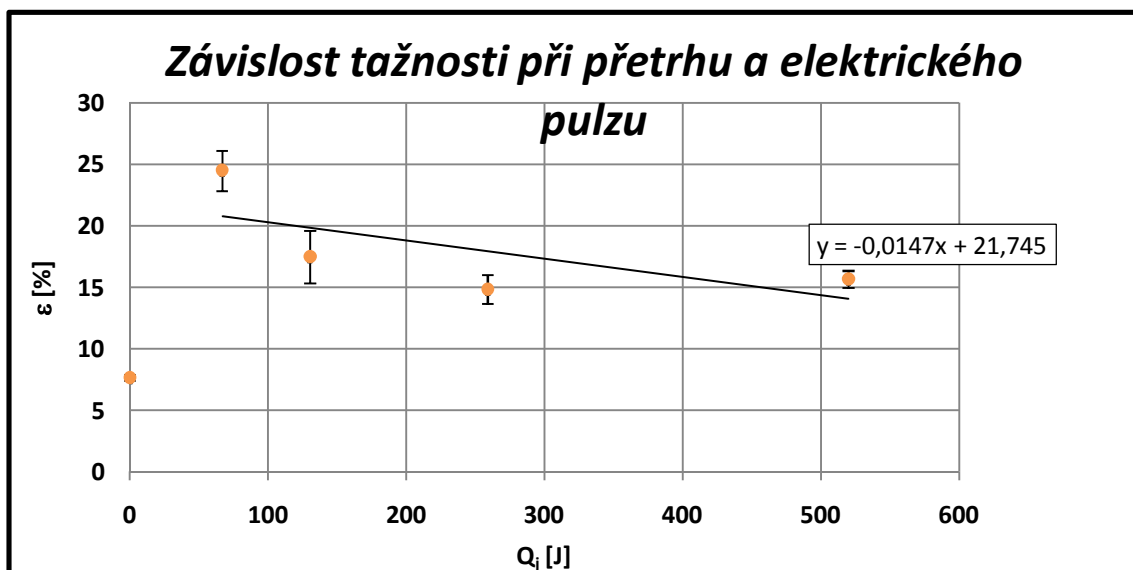
Obr.18 Závislost síly při přetrhu na elektrickém pulzu Q_j

Na Obr.18 je vidět, že nejvyšší sílu při přetrhu mají vzorky nežíhané. S rostoucí dobou žíhání síla při přetrhu vzorků přibližně lineárně klesá. Aproximační polynom bodů je zobrazen v grafu.



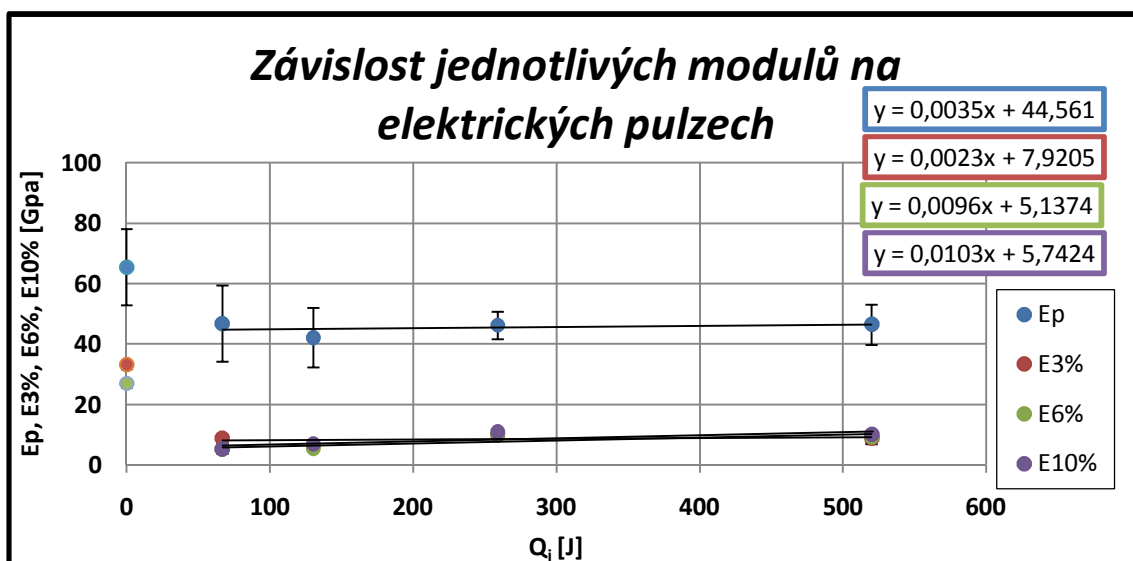
Obr.19 Závislost napětí při přetrhu na elektrickém pulzu Q_j

Na Obr.19 je vidět, že nejvyšší napětí (pevnost) při přetrhu mají vzorky nežíhané. S rostoucí dobou žíhání max. napětí přibližně lineárně klesá. Nejnižší napětí při přetrhu mají vzorky 16 sec žíhané. Aproximační polynom bodů je zobrazen v grafu.



Obr.20 Závislost tažnosti při přetrhu na elektrickém pulzu Q_j

Na Obr.20 je vidět, že nejvyšší tažnost při přetrhu mají vzorky žíhané 2 sec. Nejnižší tažnost při přetrhu mají vzorky nežíhané. Závislost tažnosti při přetrhu v závislosti na elektrickém pulzu má přibližně lineárně klesající závislost. Aproximační polynom bodů je zobrazen v grafu.



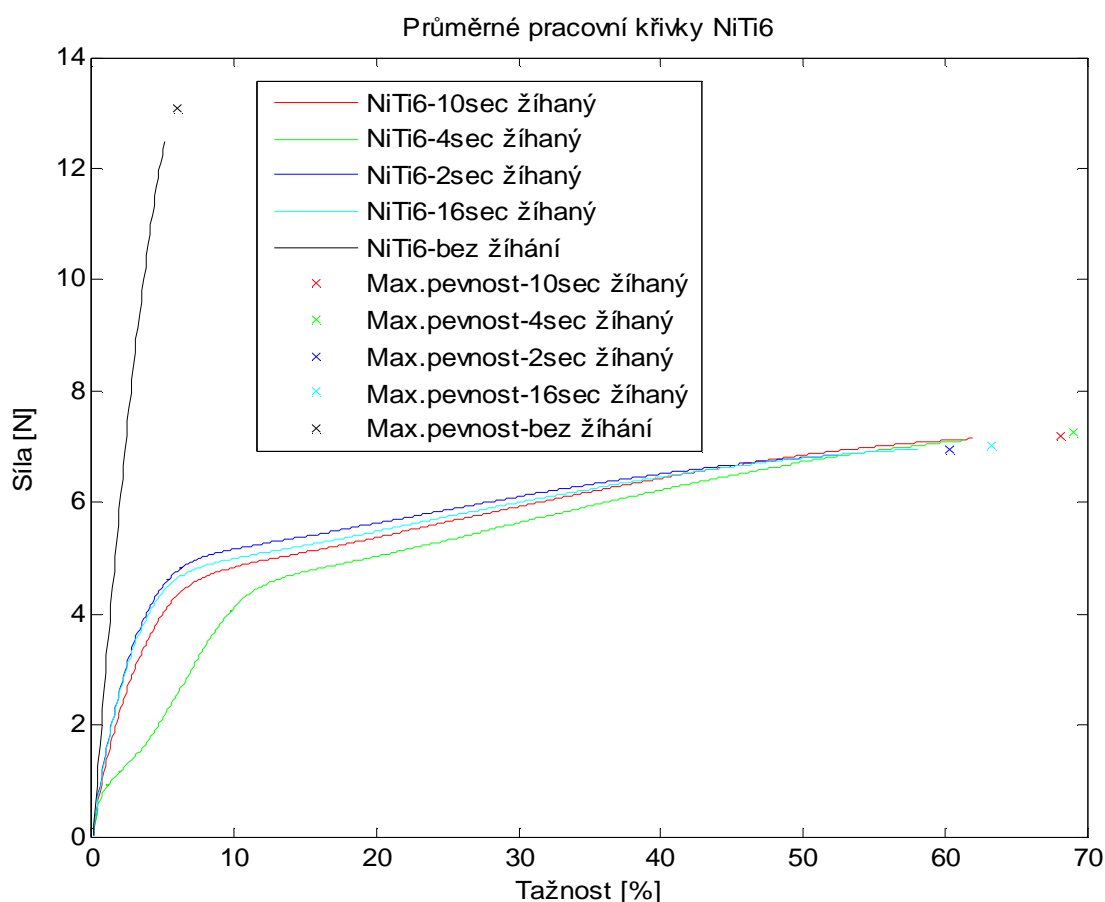
Obr.21 Závislost modulů na elektrickém pulzu Q_j

Na obr.21 je vidět závislost modulů na elektrickém pulzu. Moduly $E_{3\%}$, $E_{6\%}$, $E_{10\%}$ mají podobné hodnoty pro vzorky žíhané 4 sec, 8 sec a 16 sec. Moduly E_p jsou v porovnání s ostatními ($E_{3\%}$, $E_{6\%}$, $E_{10\%}$) vyšší. U vzorků nežíhaných nejde stanovit modul $E_{10\%}$ z důvodu přetrhu vzorku před dosažením 10 % tažnosti. Závislost modulů E_p , $E_{3\%}$, $E_{6\%}$, $E_{10\%}$ na elektrickém pulzu má přibližně lineárně rostoucí závislost. Aproximační polynomy jsou zobrazeny v grafu.

5.2 Prosté namáhání vláken NiTi6

Testovaný materiál byl proměřen dle postupu uvedeného v kapitole 4.3 za současného zaznamenání hodnot síly F [N] a prodloužení Δl [mm] materiálu. Tyto hodnoty byly exportovány do výpočetního programu, ve kterém bylo vyčísleno napětí σ [MPa] dle vztahu (1) a deformace materiálu ε [%] dle vztahu (3). Naměřené průměrné hodnoty maximálního napětí a deformace při přetrhu včetně intervalu spolehlivost IS jsou uvedeny v Tab.8. Tato tabulka také obsahuje hodnoty počátečních modulů E_p a moduly v průběhu zkoušky ($E_{3\%}$, $E_{6\%}$, $E_{10\%}$ [GPa]) včetně intervalů spolehlivosti IS.

Grafické zpracování výsledků bylo provedeno ve výpočetním programu Matlab R2009b. Výstupem z programu byly tahové pracovní křivky přiložené v příloze D2 Obr.1 – Obr.10. Pro porovnání průběhů křivek, bylo ve výpočetním programu Matlab vytvořen program, pomocí kterého byly vykresleny průměrné křivky (z 20 měření) závislosti síly F [N] na deformaci ε [%], zobrazené na Obr.22. Na těchto křivkách jsou sledovány charakteristické průběhy závislosti síly na deformaci.



Obr.22 Závislosti síly na deformaci – NiTi6

Na Obr.22 jsou vidět změny v průbězích tahových pracovních křivek vláken upravených odlišnými elektrickými pulzy Q_j , které jsou vyjádřeny dle vztahu (10).

Nežíhaný materiál má průběh křivky podobný jako OCEL. Síla při přetrhu je 13,062 N což je nejvyšší hodnota z testovaných vzorků. Tažnost při přetrhu nežíhaného materiálu je 5,927 % což je nejnižší ze všech hodnot. Hodnota napětí (pevnosti) při přetrhu se pohybuje okolo hodnoty 1664,653 MPa.

Průběhy křivek žíhaných materiálů je podobný, ale odlišný v porovnání s nežíhaným materiálem. Rozdíly síly při přetrhu a tažnosti při přetrhu žíhaných materiálů jsou pouze minimální.

Nejvyšší tažnost při přetrhu ze žíhaných materiálů vykazuje materiál žíhaný 4 sec 69,11 %. Nejnižší tažnost při přetrhu má materiál žíhaný 2 sec a to 60,275 %.

Nejvyšší sílu při přetrhu mají vzorky žíhané 4 sec max. Síla při přetrhu je 7,253 N. Nejnižší sílu při přetrhu mají vzorky žíhané 2 sec, kde je tato síla rovna 6,952 N.

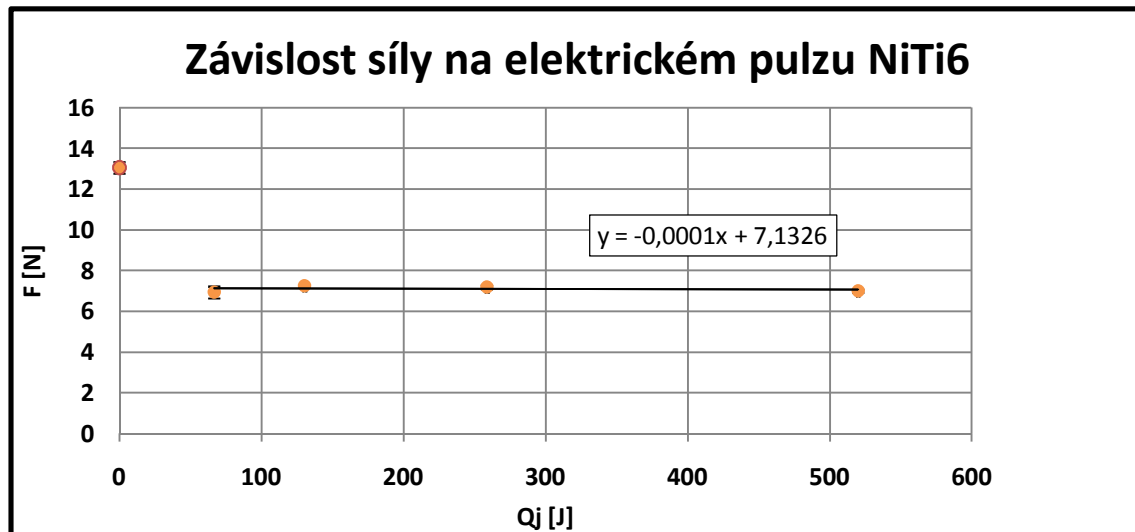
5.2.1 Závislosti mechanických parametrů vláken NiTi6

Žíhání vláken při přípravě experimentu ovlivní mechanické parametry. Porovnáním hodnot parametrů při přetrhu vzorku v závislosti na elektrickém pulzu Q_j lze zjistit, jaká je charakteristická závislost těchto parametrů. Do závislosti jsou zahrnuty pouze hodnoty žíhaných vláken.

Mechanické parametry síla F [N], tažnost ε [%], napětí σ (pevnosti) [MPa], počáteční modulu E_p , modulu ve 3 % tažnosti $E_{3\%}$, modulu v 6 % tažnosti $E_{6\%}$, modulu v 10 % tažnosti $E_{10\%}$ byly porovnány v závislosti na elektrickém pulzu Q_j [J] a jsou uvedeny na Obr.22 – Obr. 24. V Tab.8 jsou uvedeny průměrné hodnoty naměřených parametrů Q_j , F , σ , ε při přetrhu a jejich intervaly spolehlivosti IS. V Tab.8 jsou uvedené také moduly E_p , $E_{3\%}$, $E_{6\%}$, $E_{10\%}$ [GPa] a jejich intervaly spolehlivosti. Hodnoty v grafech byly vyneseny v pořadí: bez žíhání, 2 sec, 4 sec, 10 sec a 16 sec.

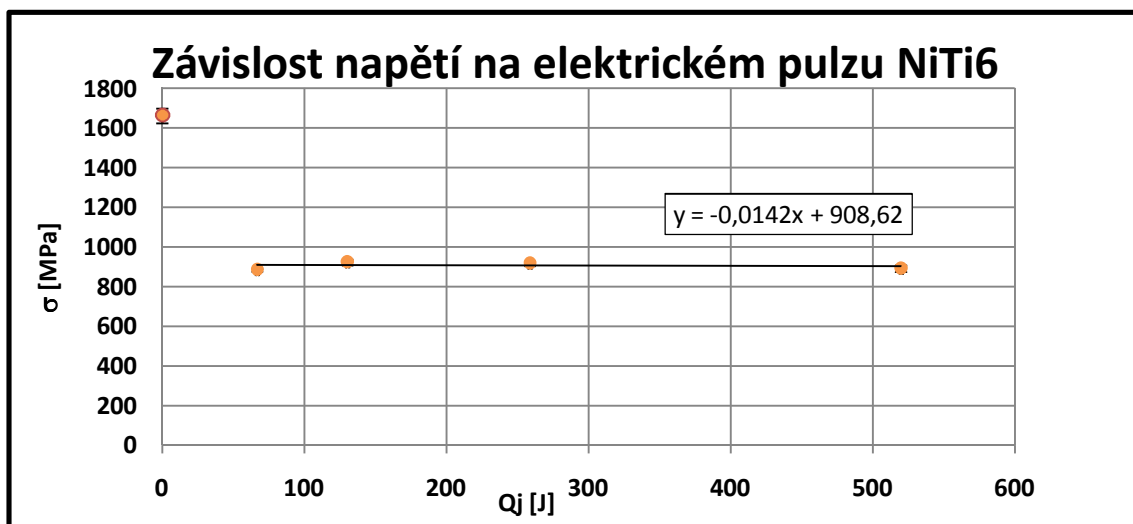
Tab.8 Naměřené parametry – NiTi6

Parametr	Jednotka	NiTi6				
		Bez žíhání	2 sec žíhaný	4 sec žíhaný	10 sec žíhaný	16 sec žíhaný
Q_j	J	-	66,82	130,32	259,78	520
IS		-	(65,73;67,91)	(129,76;130,88)	(257,49;260,07)	(515,34;524,66)
Δl	mm	2,96	30,14	34,56	34,08	31,63
IS		(2,86;3,06)	(29,26;31,02)	(33,6;35,51)	(33,34;34,82)	(30,99;32,26)
ε	%	5,93	60,28	69,11	68,16	63,25
IS		(5,73;6,13)	(58,51;62,05)	(67,2;71,02)	(66,68;69,65)	(61,98;64,62)
F	N	13,068	6,95	7,25	7,20	7,01
IS		(12,776;13,35)	(6,824;7,08)	(7,19;7,31)	(7,12;7,28)	(6,9;7,13)
σ	MPa	1664,65	885,62	923,96	917,58	893,5
IS		(1627,52;1701,78)	(869,35;901,89)	(879,38;907,63)	(907,29;927,87)	(916,4;931,51)
E_p	GPa	38,29	23,51	24,32	21,65	20,15
IS		(33,43;43,14)	(21,52;25,5)	(22,55;26,08)	(18,55;24,74)	(16,72;23,57)
E_{3%}	GPa	36,5	14,56	14,53	11,74	4,64
IS		(35,94;37,07)	(13,57;15,54)	(13,98;15,08)	(10,03;13,45)	(3,62;5,66)
E_{6%}	GPa	-	9,96	9,76	9,07	4,31
IS		-	(9,65;10,27)	(9,45;10,08)	(8,53;9,6)	(3,29;5,33)
E_{10%}	GPa	-	6,5	6,24	6,05	4,98
IS		-	(6,35;6,66)	(6,06;6,45)	(5,86;6,25)	(4,62;5,34)



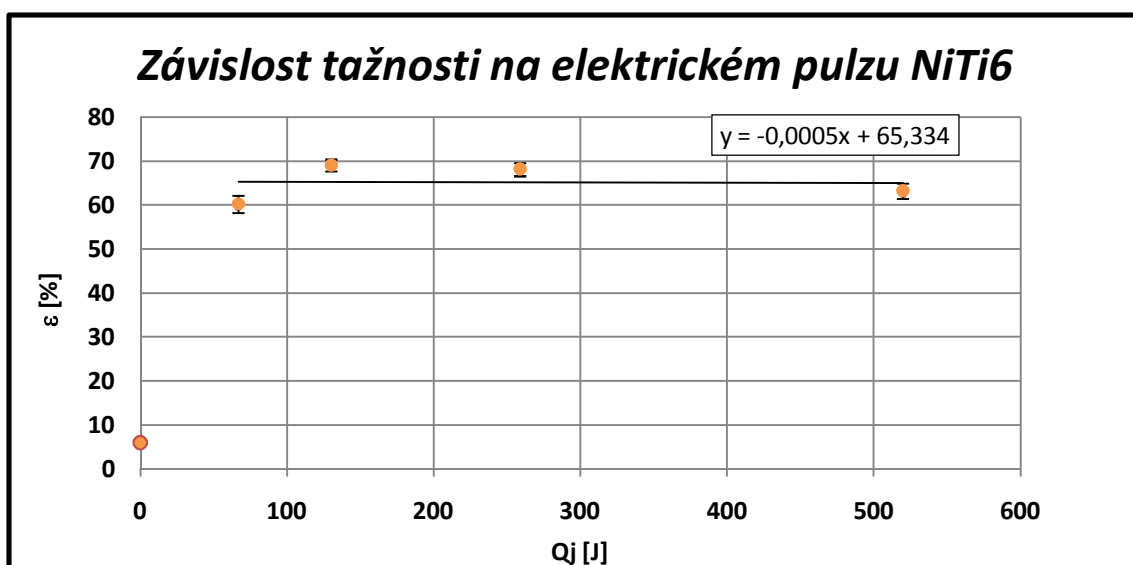
Obr.23 Závislost síly při přetrhu na elektrickém pulzu Q_j

Na Obr.23 je vidět, že nejvyšší sílu při přetrhu mají vzorky nežíhané. Ze žíhaných vzorků mají nejvyšší sílu vzorky žíhané 4 sec. Nejnižší sílu při přetrhu mají vzorky žíhané 2 sec. Závislost síly při přetrhu na elektrickém pulzu žíhaných vzorků má přibližně lineárně klesající závislost. Aproximační polynom bodů je zobrazen v grafu.



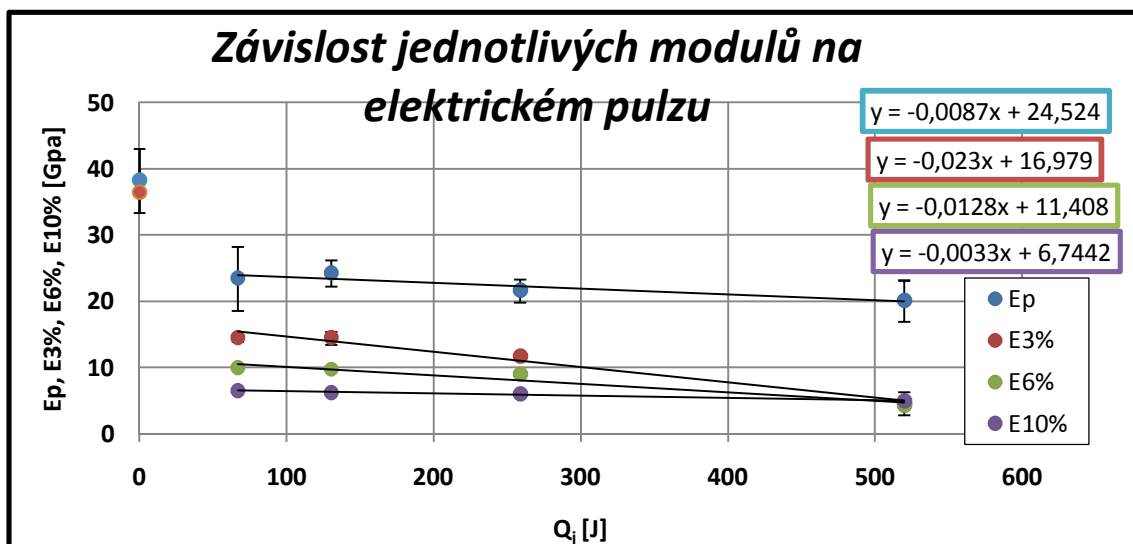
Obr.24 Závislost napětí při přetrhu na elektrickém pulzu Q_j

Na Obr.24 je vidět, že nejvyšší napětí (pevnost) při přetrhu mají vzorky nežíhané. Ze vzorků žíhaných mají nejvyšší napětí (pevnost) při přetrhu vzorky žíhané 4 sec. Nejnižší napětí (pevnost) při přetrhu mají vzorky žíhané 2 sec. Závislost napětí při přetrhu na elektrickém pulzu Q_j žíhaných vzorků má přibližně lineárně klesající závislost. Aproximační polynom bodů je zobrazen v grafu.



Obr.25 Závislost tažnosti při přetrhu na elektrickém pulzu Q_j

Na Obr.25 je vidět, že nejnižší tažnost při přetrhu mají vzorky nežíhané. Ze vzorků žíhaných mají nejvyšší tažnost při přetrhu vzorky žíhané 4 sec. Nejnižší tažnost při přetrhu ze žíhaných vzorků mají vzorky žíhané 2 sec. Závislost tažnosti při přetrhu na elektrickém pulzu Q_j žíhaných vzorků má přibližně lineárně klesající závislost. Aproximační polynom bodů je zobrazen v grafu.



Obr.26 Závislost modulů na elektrickém pulzu Q_j

Na Obr.26 je vidět, že modul E_p je nejvyšší v porovnání s ostatními moduly $E_{3\%}$, $E_{6\%}$ a $E_{10\%}$. Vzorky nežíhané mají modul pouze E_p a $E_{3\%}$ z toho důvodu, že dojde k přetrhu vzorku před dosažením tažnosti 6 % a 10 % materiálu. Nejnižší moduly jsou $E_{10\%}$. U vzorků žíhaných 16 sec jsou moduly $E_{3\%}$, $E_{6\%}$ a $E_{10\%}$ téměř stejné. Závislost modulů E_p , $E_{3\%}$, $E_{6\%}$ a $E_{10\%}$ na elektrickém pulzu Q_j žíhaných vzorků má přibližně lineárně klesající závislost. Aproximační polynomy bodů jsou zobrazeny v grafu.

5.3 Parametrizace prostého namáhání

Parametrizace výsledných křivek – určení směrnice tečny v počátku byla provedena na tahových pracovních křivkách NiTi5 a NiTi6 vláken.

Směrnice tečny

Charakteristický průběh tahových křivek je vidět viz Obr.17 pro NiTi5 a Obr.22 pro NiTi6.

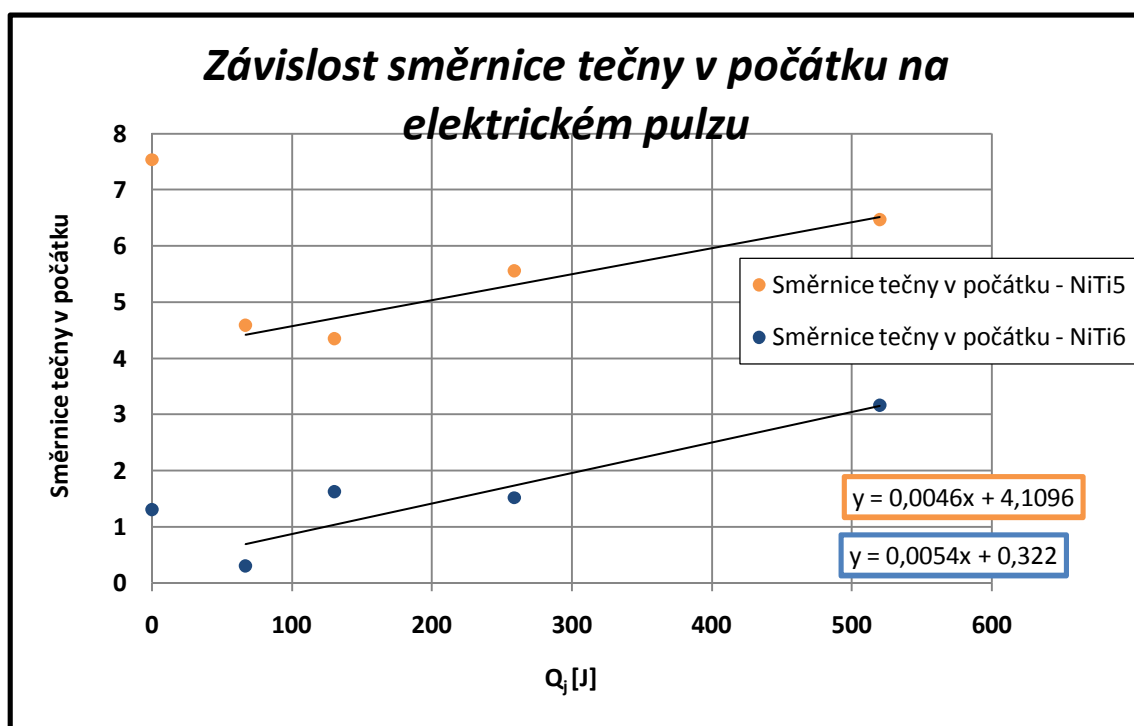
Pro vyjádření směrnice tečny v počátku bylo postupováno podle postupu:

1. Zvolení aproximačního polynomu příslušného řádu n . Pro NiTi5 $n=7$ za vzniku aproximačních polynomů uvedených v příloze D1 Tab.1 a pro NiTi6 $n=7$ za vzniku aproximačních polynomů uvedených v příloze D2 Tab.1.
2. Derivace aproximačního polynomu \Rightarrow výpočet směrnice tečny v počátku

Hodnoty směrnic pro jednotlivé materiály jsou uvedeny v Tab.9. Směrnice tečny byla konstruována v počátku, mluvíme tedy o počátečním modulu. Na Obr.27 je vidět závislost směrnic (počátečních modulů) v závislosti na elektrickém pulzu Q_j .

Tab.9 Směrnice tečny v počátku – prosté namáhání

NiTi5			NiTi6		
Úprava	Směrnice	Úhel α [°]	Úprava	Směrnice	Úhel α [°]
Bez žíhání	7,535	82,4	Bez žíhání	1,3018	52,47
2 sec žíhaný	4,5912	77,7	2 sec žíhaný	0,2979	16,58
4 sec žíhaný	4,3476	77,05	4 sec žíhaný	1,6256	58,39
8 sec žíhaný	5,5541	79,79	10 sec žíhaný	1,516	56,59
16 sec žíhaný	6,4644	81,2	16 sec žíhaný	3,16	72,44



Obr.27 Závislost směrnic tečny v počátku na elektrickém pulzu

Na Obr.27 je vidět závislost směrnic tečny v počátku na elektrickém pulzu Q_j vláken NiTi5 a NiTi6. Vzorky NiTi5 mají vyšší hodnoty směrnic tečny v počátku (počátečních modulů) než vzorky NiTi6. Závislost směrnic tečny v počátku na elektrickém pulzu Q_j je u NiTi5 a NiTi6 přibližně lineárně rostoucí. Aproximační polynomy bodů jsou zobrazeny v grafu.

Diskuse výsledků prostého namáhání

NiTi5

Při testování vláken NiTi5 prostým namáháním bylo zjištěno, že materiál nežíhaný má charakteristický průběh tahové pracovní křivky podobný jako ocel. Jeho tažnost při přetrhu se pohybuje kolem 9 %. Porovnáním vzorků žíhaných bylo zjištěno, že nejvyšší tažnost při přetrhu mají vzorky upravené pomocí elektrického pulzu Q_j procházejícího po dobu 2 sec. Hodnota tažnosti při přetrhu pro 2 sec žíhané vzorky je 24,5 %. V oblasti 1 – 6 % tažnosti u vzorků žíhaných 2 sec je charakteristické **Plató**. Vzorky žíhané 2 sec mají nejvyšší hodnoty tažnosti, síly, pevnosti a napětí při přetrhu v porovnání s ostatními žíhanými vzorky. Průběhy křivek jsou uvedeny na Obr.17.

Porovnání modulů $E_{3\%}$, $E_{6\%}$, $E_{10\%}$ vzorků žíhaných v závislosti na elektrickém pulzu Q_j bylo zjištěno, že nejvyšších hodnot dosahují vzorky žíhané 8 sec. Počáteční modul E_p ze vzorků žíhaných mají nejvyšší vzorky žíhané 2 sec. Porovnáním vzorků vláken žíhaných s nežíhanými vzorky bylo zjištěno, že vzorky bez žíhání mají mnohem vyšší hodnoty síly při přetrhu, napětí při přetrhu a hodnoty modulů E_p , $E_{3\%}$ a $E_{6\%}$. U vzorků nežíhaných modul $E_{10\%}$ nebylo možno stanovit z důvodu přetrhu vláken před dosažením tažnosti 10 %. Závislosti modulů na elektrickém pulzu Q_j jsou na Obr.21.

Závislosti mechanických parametrů ε , σ a F při přetrhu žíhaných vzorků v závislosti na elektrickém pulzu Q_j jsou přibližně lineárně klesající. Z toho plyne, že se zvyšující se dobou žíhání nám klesá ε , σ a F při přetrhu. Moduly E_p , $E_{3\%}$, $E_{6\%}$ a E_p v závislosti na elektrickém pulzu Q_j mají přibližně lineární rostoucí závislost. Mechanické vlastnosti v závislosti na elektrickém pulzu Q_j jsou uvedeny na Obr.18 – Obr.20.

Směrnice tečny v počátku v závislosti na elektrickém pulzu Q_j žíhaných vzorků přibližně lineárně roste. Směrnice tečny v závislosti na elektrickém pulzu Q_j je na Obr.27

NiTi6

Testováním vláken NiTi6 prostým namáháním bylo zjištěno, že materiál nežíhaný má charakteristický průběh tahové pracovní křivky podobný jako ocel. Tažnost při přetrhu těchto vzorků je kolem 6 %. Ze vzorků žíhaných mají nejvyšší tažnost při přetrhu vzorky připravené pomocí elektrického pulzu Q_j procházejícího vzorkem po dobu 4 sec. Hodnota tažnosti při přetrhu je přibližně 69 %. Vzorky žíhané 4

sec mají nejvyšší hodnoty tažnosti ε , síly F a napětí σ při přetrhu v porovnání s ostatními žíhanými vzorky. Průběhy křivek jsou uvedeny na Obr.22.

Porovnání modulů $E_{3\%}$, $E_{6\%}$, $E_{10\%}$ vzorků žíhaných v závislosti na elektrickém pulzu Q_j bylo zjištěno, že nejvyšších hodnot dosahují vzorky žíhané 2 sec. Počáteční modul E_p ze vzorků žíhaných mají nejvyšší vzorky žíhané 4 sec. Porovnáním vzorků vláken žíhaných s nežíhanými vzorky bylo zjištěno, že vzorky bez žíhání mají mnohem vyšší hodnoty síly při přetrhu, napětí při přetrhu a hodnoty modulů E_p , $E_{3\%}$. U vzorků nežíhaných moduly $E_{6\%}$ a $E_{10\%}$ nebylo možno stanovit z důvodu přetrhu vláken před dosažením 6 % a 10 % tažnosti. Závislosti modulů na elektrickém pulzu Q_j jsou na Obr.26.

Závislosti mechanických parametrů ε , σ a F při přetrhu žíhaných vzorků v závislosti na elektrickém pulzu Q_j jsou přibližně lineárně klesající. Z toho plyne, že se zvyšující se dobou žíhání nám klesá ε , σ a F při přetrhu. Moduly E_p , $E_{3\%}$, $E_{6\%}$ a E_p v závislosti na elektrickém pulzu Q_j mají lineárně klesající závislost. Mechanické vlastnosti v závislosti na Q_j jsou uvedeny na Obr.23 – Obr.25.

Směrnice tečny v počátku v závislosti na Q_j žíhaných vzorků lineárně roste. Směrnice tečny v závislosti na elektrickém pulzu Q_j je na Obr.27

5.4 Cyklické namáhání vláken NiTi5

Vzorky vláken NiTi5 a NiTi6 předem připravené žíháním viz kapitola 4.2 jsou připraveny pro testování na přístroji dynamometr. Parametry cyklického namáhání jsou uvedeny v kapitole 4.3.2. Hysterezní křivky pro jednotlivé materiály jsou přiloženy v příloze F1 pro NiTi5 a F2 pro NiTi6.

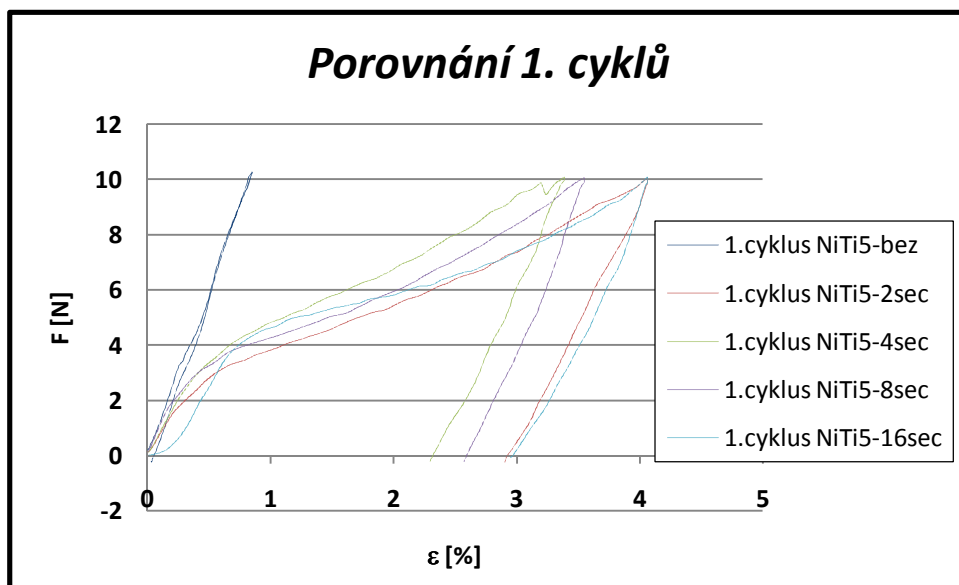
Testovaný materiál byl proměřen dle postupu uvedeného v kapitole 4.3 za současného zaznamenání hodnot síly F [N] a prodloužení Δl [mm] materiálu. Tyto hodnoty byly exportovány do výpočetního programu, ve kterém bylo vyčísleno napětí σ [GPa] dle vztahu (1) a deformace materiálu ε [%] dle vztahu (3).

Naměřené výsledky hysterezních křivek jsou uvedeny na Obr.28 – Obr.32. V Tab.10 jsou uvedeny průměrné hodnoty naměřených parametrů F , σ , ε při přetrhu a jejich intervaly spolehlivosti IS. Tabulka obsahuje také počáteční modul E_p [GPa] a elektrický pulz Q_j [J] včetně intervalu spolehlivosti IS.

Hysterezní křivky byly umístěny do počátku souřadného systému z důvodu sledování změn sklonu hysterezní křivky. Hodnoty směrnic hysterezních křivek jsou uvedeny v kapitole 5.6.

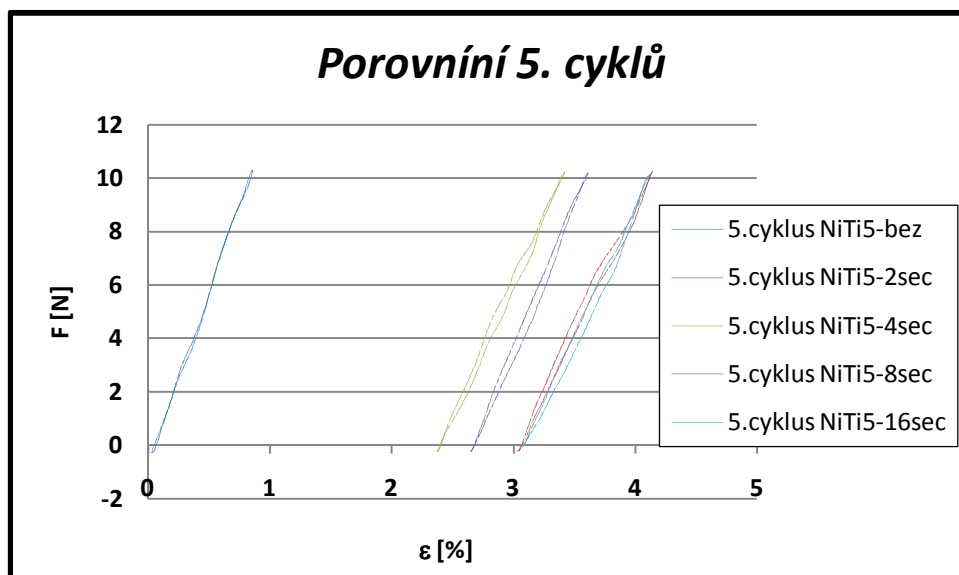
Tab.10 Naměřené parametry cyklického namáhání – NiTi5

Parametr	Jednotka	NiTi5				
		Bez žíhání	2 sec žíhaný	4 sec žíhaný	8 sec žíhaný	16 sec žíhaný
Δl	mm	3,72	7,84	7,15	6,97	8,05
IS		(3,48;3,96)	(7,50;8,18)	(6,94;7,35)	(6,57;7,37)	(7,78;8,32)
ε	%	7,44	15,68	14,30	13,95	16,21
IS		(6,96;7,91)	(15,002;16,35)	(13,89;14,71)	(13,14;14,75)	(15,55;16,64)
F	N	55,07	40,60	40,45	37,3	36,54
IS		(53,67;56,46)	(39,76;41,45)	(39,79;41,09)	(36,34;38,26)	(35,82;37,25)
σ	GPa	1,75	1,29	1,29	1,19	1,16
IS		(1,71;1,8)	(1,27;1,32)	(1,27;1,31)	(1,16;1,22)	(1,14;1,19)
E_p	GPa	37,53	27,4	26,38	27,87	21,16
IS		(34,80;40,25)	(25,35;29,45)	(24,73;28,00)	(25,92;29,82)	(19,46;22,86)
Q_j	J	-	66,755	130,282	259,003	520,087
IS		-	(65,68;67,83)	(129,73;130,83)	(257,66;260,35)	(515,52;524,65)



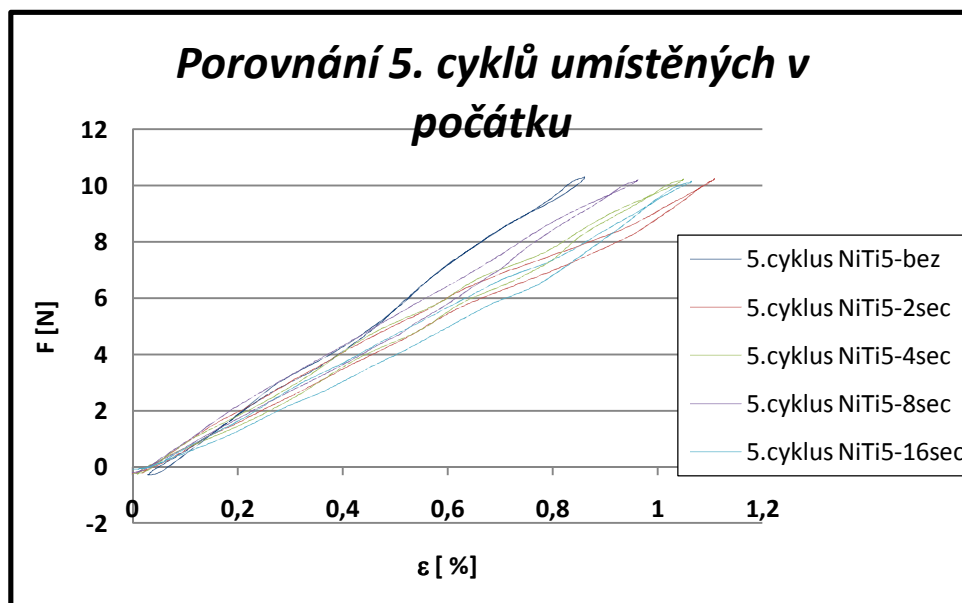
Obr.28 Porovnání 1. cyklů všech materiálů – NiTi5

Na Obr.28 jsou vidět charakteristické průběhy hysterezních křivek cyklického namáhání v 1. cyklu namáhání. Z průběhů hysterezních křivek žíhaných materiálů je vidět, že se cykly vytváří v oblasti 2 – 4 % tažnosti. Nežíhaný materiál se při 1. cyklu namáhání vrací zpět do počátku.



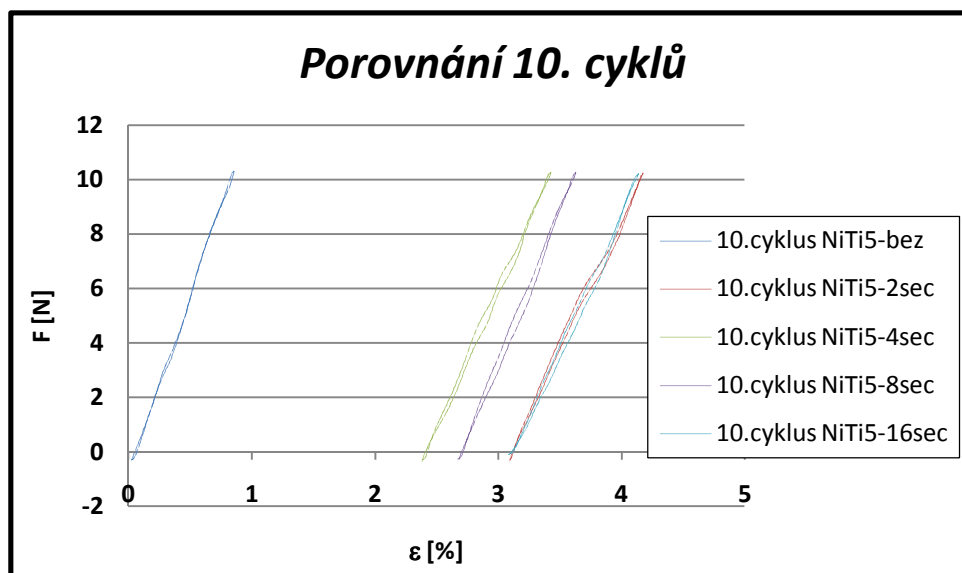
Obr.29 Porovnání 5. cyklů všech materiálů

Na Obr.29 je vidět průběh 5. cyklů namáhání. Z průběhů hysterezních křivek žíhaných materiálů je vidět, že se 5. cykly vytváří v oblasti 2 – 4 % tažnosti. Nežíhaný materiál se při 5. cyklu namáhání vrací zpět do počátku.



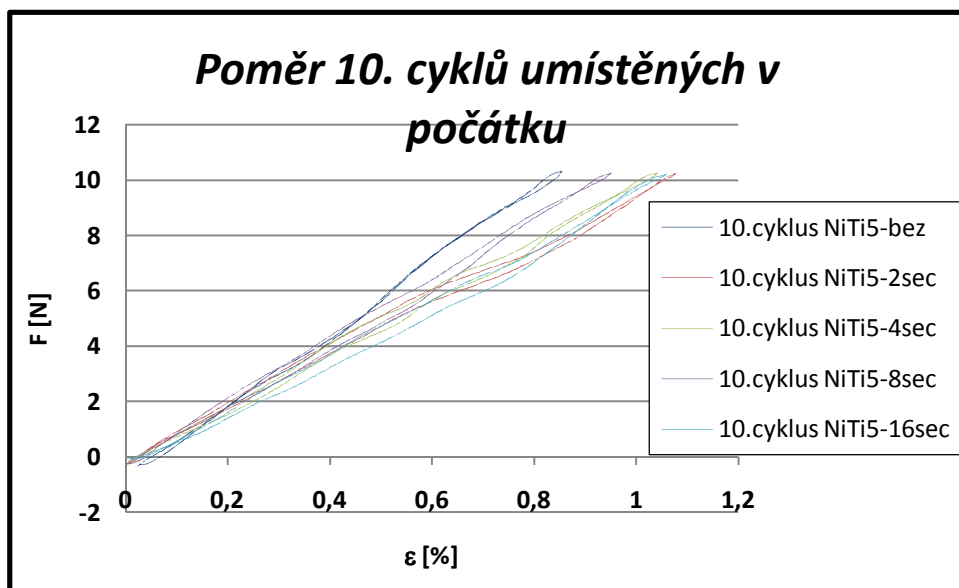
Obr.30 Porovnání 5. cyklů umístěných v počátku

Na Obr.30 je vidět průběh 5. cyklů namáhání. Cykly jsou umístěny do počátku souřadného systému z důvodu porovnání změn tangenty úhlu hysterezních křivky. Tangenta úhlu je nejvyšší pro materiál nežíhaný. Nejvyšší tangentu úhlu hysterezní křivky ze žíhaných materiálů mají vzorky 8 sec žíhané, nejnižší tangentu mají vzorky žíhané 2 sec.



Obr.31 Porovnání 10. cyklů všech materiálů

Na Obr.31 je vidět průběh 10. cyklů namáhání. Z průběhů hysterezních křivek žíhaných materiálů je vidět, že se 10. cykly vytváří v oblasti 2 – 4 % tažnosti. Nežíhaný materiál se při 10. cyklu namáhání vrací zpět do počátku.



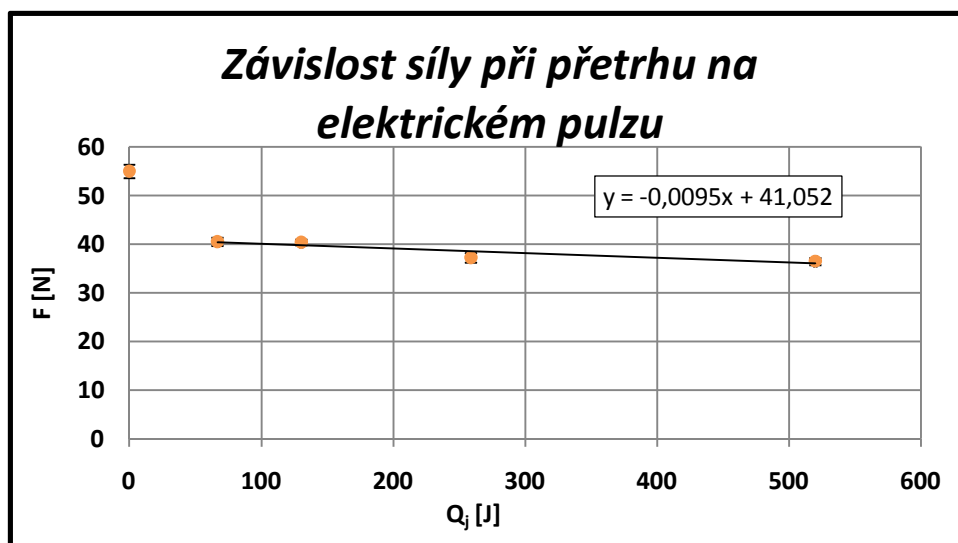
Obr.32 Porovnání 10. cyklů umístěných v počátku

Na Obr.32 je vidět průběh 10. cyklů namáhání. Cykly jsou umístěny do počátku souřadného systému z důvodu porovnání změn tangenty úhlu hysterezních křivky. Tangenta úhlu je nejvyšší pro materiál nežíhaný. Ze žíhaných materiálů má nejvyšší tangentu úhlu hysterezní křivky pro materiál žíhaný 8 sec, nejnižší tangentu úhlu mají vzorky žíhané 2 sec.

5.4.1 Závislosti mechanických parametrů vláken NiTi5

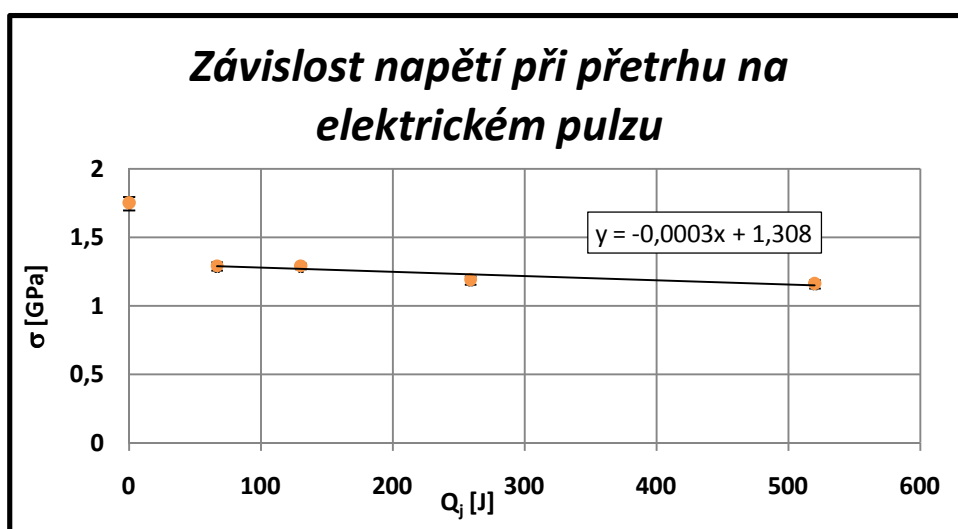
Žíhání vláken při přípravě experimentu ovlivní mechanické parametry. Porovnáním hodnot parametrů při přetrhu vzorku v závislosti na elektrickém pulzu Q_j lze zjistit, jaká je charakteristická závislost těchto parametrů. Do závislosti jsou zahrnuty pouze hodnoty žíhaných vláken.

Závislosti síly F [N], tažnosti ϵ [%], napětí σ (pevnosti) [GPa] na elektrickém pulzu Q_j [J] jsou na Obr.33 – Obr. 35. V Tab.10 jsou uvedeny průměrné hodnoty naměřených parametrů Q_j , F , σ , ϵ při přetrhu a jejich intervaly spolehlivosti IS. Hodnoty v grafech byly vyneseny v pořadí: bez žíhání, 2 sec, 4 sec, 8 sec a 16 sec.



Obr.33 Závislost síly při přetrhu na elektrickém pulzu Q_j

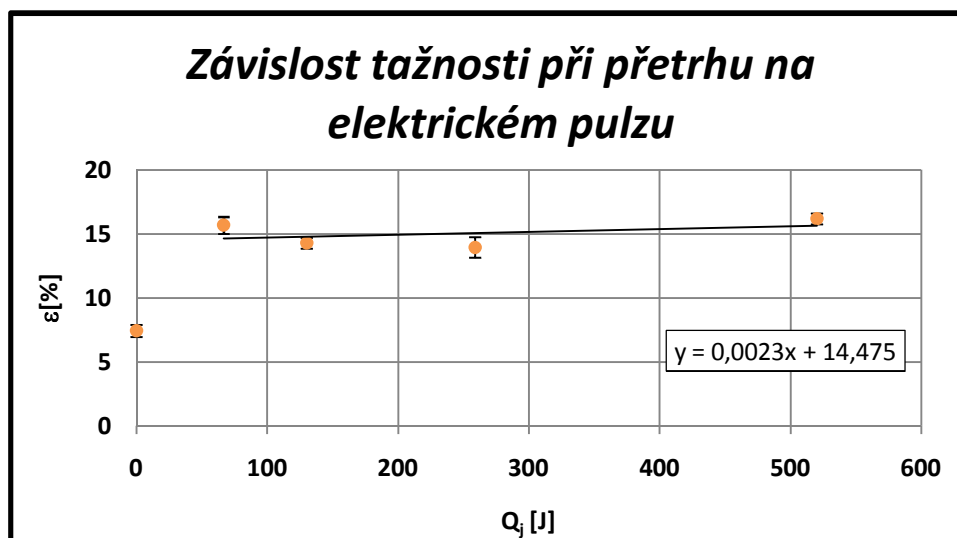
Na Obr.33 je vidět, že nejvyšší sílu při přetrhu mají vzorky nežíhané. Ze žíhaných vzorků mají nejvyšší sílu vzorky žíhané 2 sec. Nejnižší sílu při přetrhu mají vzorky žíhané 16 sec. Závislost síly při přetrhu na elektrickém pulzu Q_j žíhaných vzorků má přibližně lineárně klesající závislost. Aproximační polynom bodů je zobrazen v grafu.



Obr.34 Závislost napětí při přetrhu na elektrickém pulzu Q_j

Na Obr.34 je vidět, že nejvyšší napětí při přetrhu mají vzorky nežíhané. Ze žíhaných vzorků mají nejvyšší napětí při přetrhu vzorky žíhané 2 sec. Nejnižší napětí při přetrhu mají vzorky žíhané 16 sec. Závislost síly napětí při přetrhu na elektrickém

pulzu Q_j žíhaných vzorků má přibližně lineárně klesající závislost. Aproximační polynom bodů je zobrazen v grafu.



Obr.35 Závislost tažnosti při přetrhu na elektrickém pulzu Q_j

Na Obr.35 je vidět, že nejnižší tažnost při přetrhu mají vzorky nežíhané. Ze žíhaných vzorků mají nejvyšší tažnost při přetrhu vzorky žíhané 16 sec. Nejnižší tažnost při přetrhu mají vzorky žíhané 8 sec. Závislost tažnosti při přetrhu na elektrickém pulzu Q_j žíhaných vzorků má přibližně lineárně rostoucí závislost. Aproximační polynom bodů je zobrazen v grafu.

5.5 Cyklické namáhání vláken NiTi6

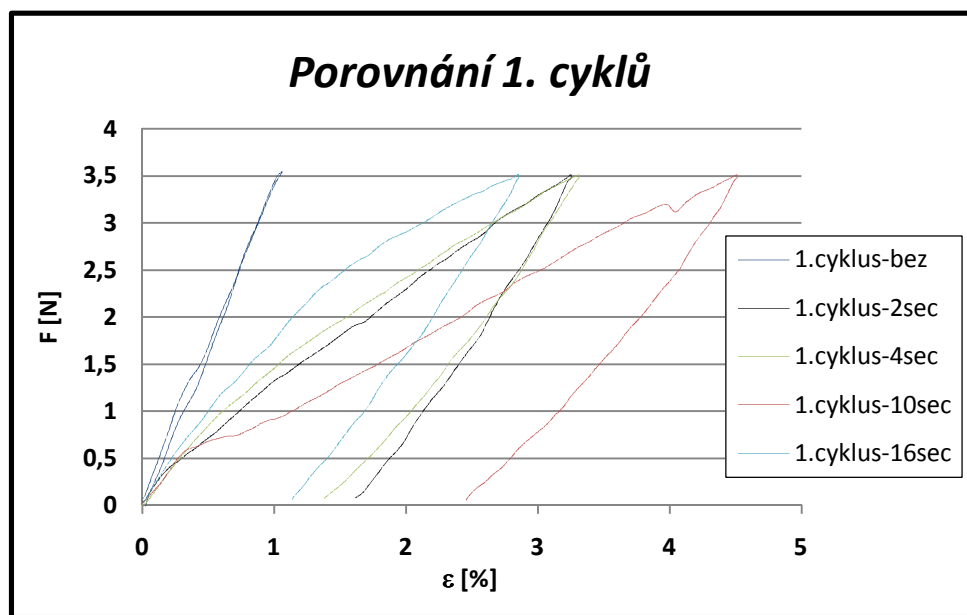
Testovaný materiál byl proměřen dle postupu uvedeného v kapitole 4.3 za současného zaznamenání hodnot síly F [N] a prodloužení Δl [mm] materiálu. Tyto hodnoty byly exportovány do výpočetního programu, ve kterém bylo vyčísleno napětí dle vztahu (1) a deformace materiálu dle vztahu (3).

Naměřené výsledky hysterezních křivek jsou uvedeny na Obr.36 – Obr.40. V Tab.11 jsou uvedeny průměrné hodnoty naměřených parametrů F , σ , ϵ při přetrhu a jejich intervaly spolehlivosti IS. Tabulka obsahuje také počáteční modul E_p [GPa] a elektrický pulz Q_j [J] včetně intervalu spolehlivosti IS.

Hysterezní křivky byly umístěny do počátku souřadného systému z důvodu sledování změn sklonu hysterezní křivky. Hodnoty směrnic hysterezních křivek jsou uvedeny v kapitole 5.4.3.

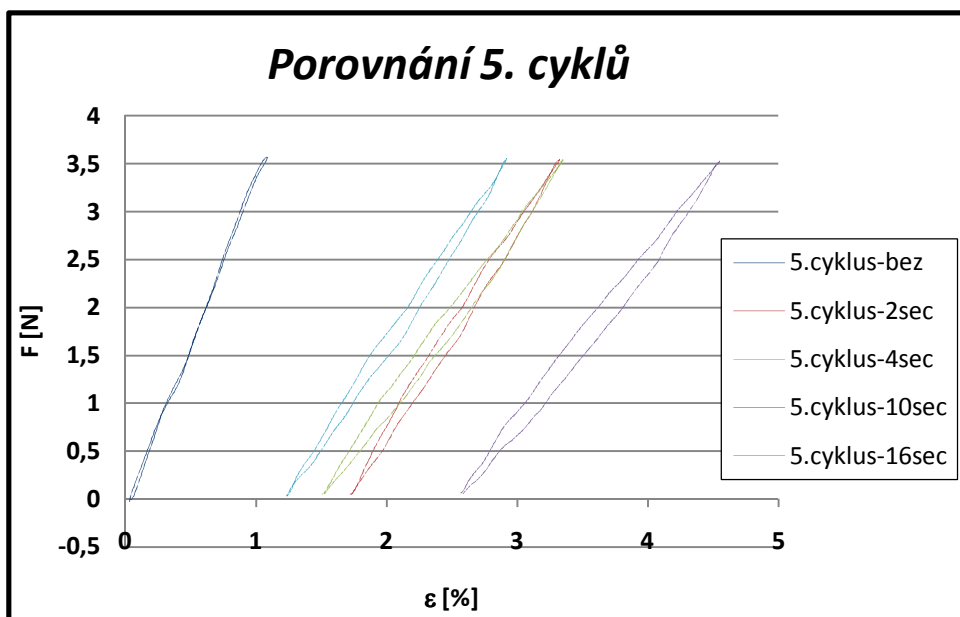
Tab.11 Naměřené parametry cyklického namáhání – NiTi6

Parametr	Jednotka	NiTi6				
		Bez žíhání	2 sec žíhaný	4 sec žíhaný	10 sec žíhaný	16 sec žíhaný
Δl	mm	3,03	28,21	30,43	32,71	31,51
IS		(2,91;3,15)	(26,86;29,55)	(29,69;31,158)	(31,59;33,83)	(30,64;32,41)
ε	%	6,05	56,41	60,85	65,42	63,02
IS		(5,81;6,29)	(53,72;59,11)	(59,39;62,32)	(63,19;67,65)	(63,64;64,83)
F	N	13,67	7,179	7,28	7,23	7,16
IS		(13,47;13,87)	(6,97;7,39)	(7,17;7,39)	(7,15;7,31)	(7,03;7,29)
σ	MPa	1741,25	914,47	927,05	917,7	911,502
IS		(1715,93;1766,58)	(887,47;941,47)	(912,94;941,16)	(907,68;927,72)	(894,84;928,72)
E_p	GPa	47,14	15,41	23,55	19,11	21,093
IS		(44,61;49,66)	(14,16;16,66)	(21,83;25,27)	(16,64;21,59)	(19,2;23,05)
Q_i	J	-	66,82	130,317	258,779	520
IS		-	(65,73;67,91)	(129,76;130,88)	(257,49;260,07)	(515,34;524,66)



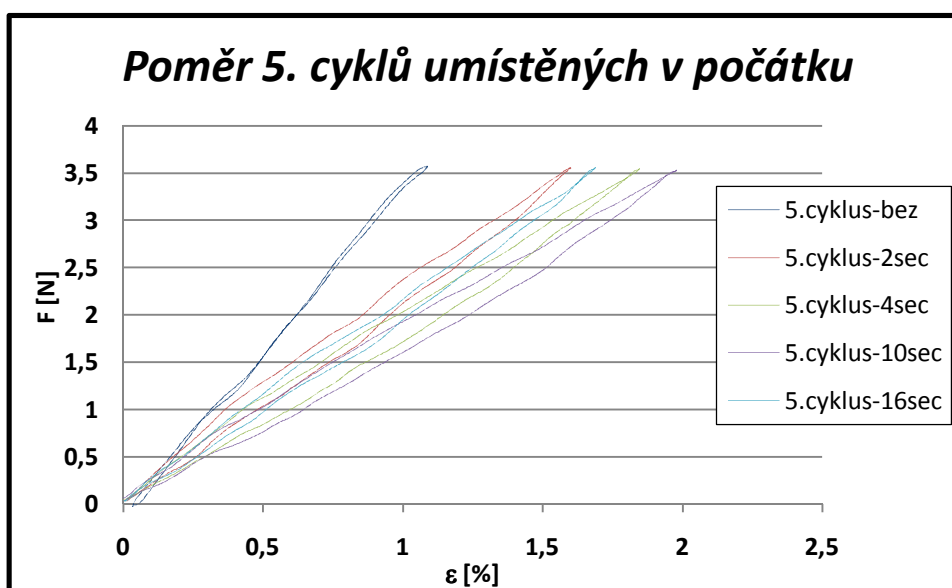
Obr. 36 Porovnání 1. cyklů všech materiálů – NiTi6

Na Obr.36 jsou vidět charakteristické průběhy hysterezních křivek cyklického namáhání v 1. cyklu namáhání. Z průběhů hysterezních křivek žíhaných materiálů je vidět, že se cykly vytváří v oblasti 1 – 4,5 % tažnosti. Nežíhaný materiál se při 1. cyklu namáhání vrací zpět do počátku.



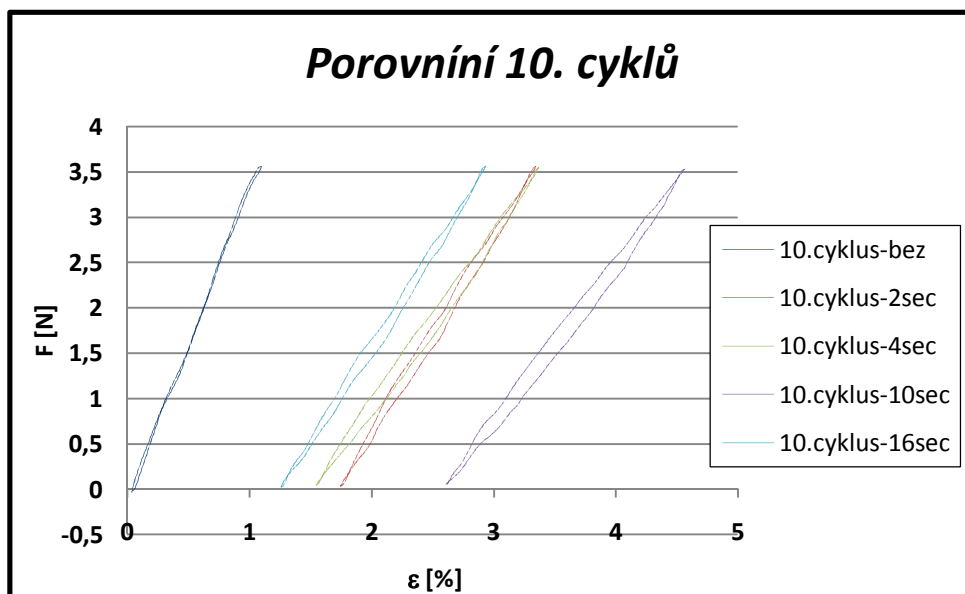
Obr. 37 Porovnání 5. cyklů všech materiálů

Na Obr.37 je vidět průběh 5. cyklů namáhání. Z průběhů hysterezních křivek žíhaných materiálů je vidět, že se 5. cykly vytváří v oblasti 1 – 4,5 % tažnosti. Nežíhaný materiál se při 5. cyklu namáhání vrací zpět do počátku.



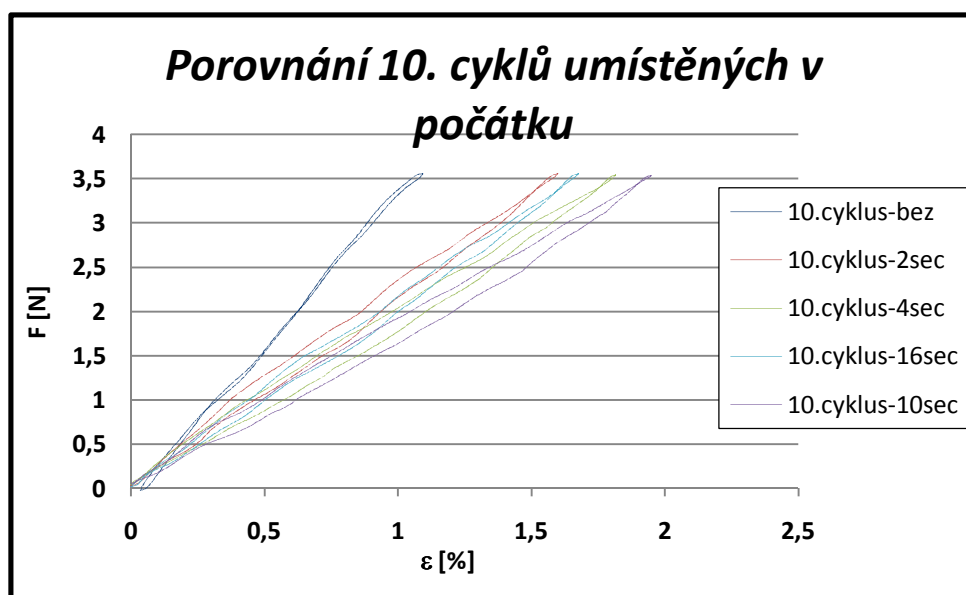
Obr.38 Porovnání 5. cyklů umístěných v počátku

Na Obr.38 je vidět průběh 5. cyklů namáhání. Cykly jsou umístěny do počátku souřadného systému z důvodu porovnání změn tangenty úhlu hysterezních křivky. Tangenta úhlu hysterezní křivky je nejvyšší pro materiál nežíhaný. Ze žíhaných materiálů má nejvyšší tangentu úhlu hysterezní křivky materiál 2 sec žíhaný, nejnižší tangentu úhlu hysterezní křivky mají vzorky žíhané 10 sec.



Obr.39 Porovnání 10. cyklů všech materiálů

Na Obr.39 je vidět průběh 10. cyklů namáhání. Z průběhů hysterezních křivek žíhaných materiálů je vidět, že se 10. cykly vytváří v oblasti 1 – 4,5 % tažnosti. Nežíhaný materiál se při 10. cyklu namáhání vrací zpět do počátku.



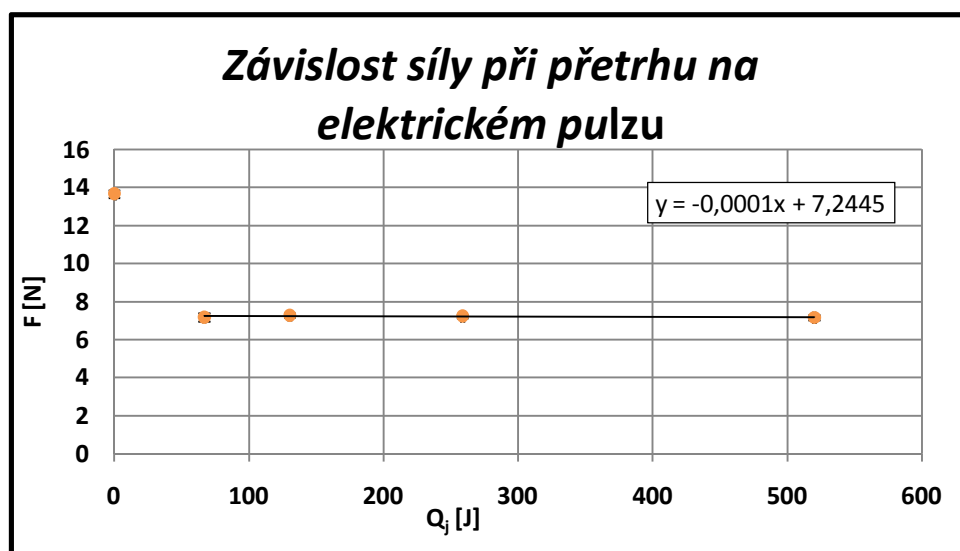
Obr.40 Porovnání 10. cyklů umístěných v počátku

Na Obr.40 je vidět průběh 10. cyklů namáhání. Cykly jsou umístěny do počátku souřadného systému z důvodu porovnání změn tangenty úhlu hysterezních křivek. Tangenta úhlu hysterezní křivky je nejvyšší pro materiál nežíhaný. Ze žíhaných materiálů má nejvyšší tangentu úhlu hysterezní křivky materiál 2 sec žíhaný, nejnižší tangentu úhlu mají vzorky žíhané 10 sec.

5.5.1 Závislosti mechanických parametrů vláken NiTi6

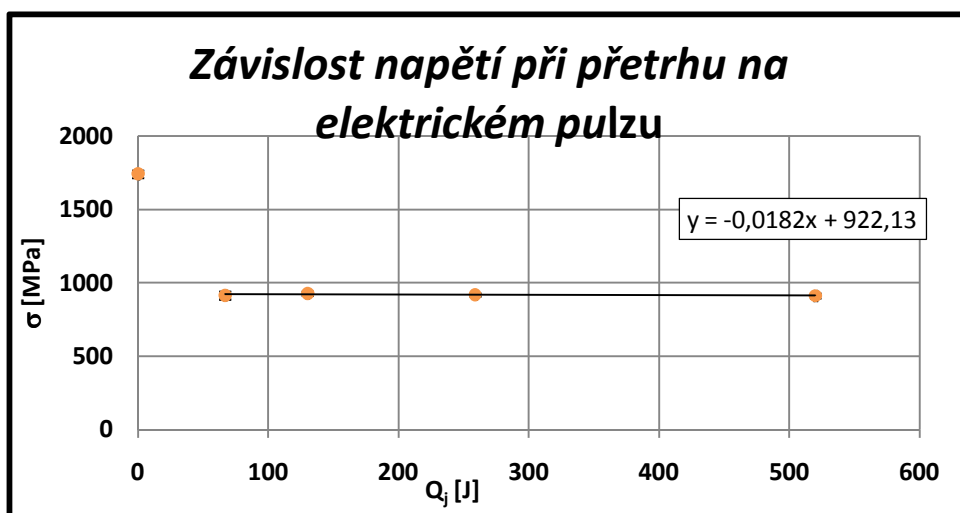
Žíhání vláken při přípravě experimentu ovlivní mechanické parametry. Porovnáním hodnot parametrů při přetrhu vzorku v závislosti na elektrickém pulzu Q_j lze zjistit, jaká je charakteristická závislost těchto parametrů. Do závislosti jsou zahrnuty pouze hodnoty žíhaných vláken.

Závislosti síly F [N], tažnosti ε [%], napětí σ (pevnosti) [GPa] na elektrickém pulzu Q_j [J] jsou na Obr.41 – Obr.33. V Tab.11 jsou uvedeny průměrné hodnoty naměřených parametrů Q_j , F , σ , ε při přetrhu a jejich intervaly spolehlivosti IS. Hodnoty v grafech byly vyneseny v pořadí: bez žíhání, 2 sec, 4 sec, 10 sec a 16 sec.



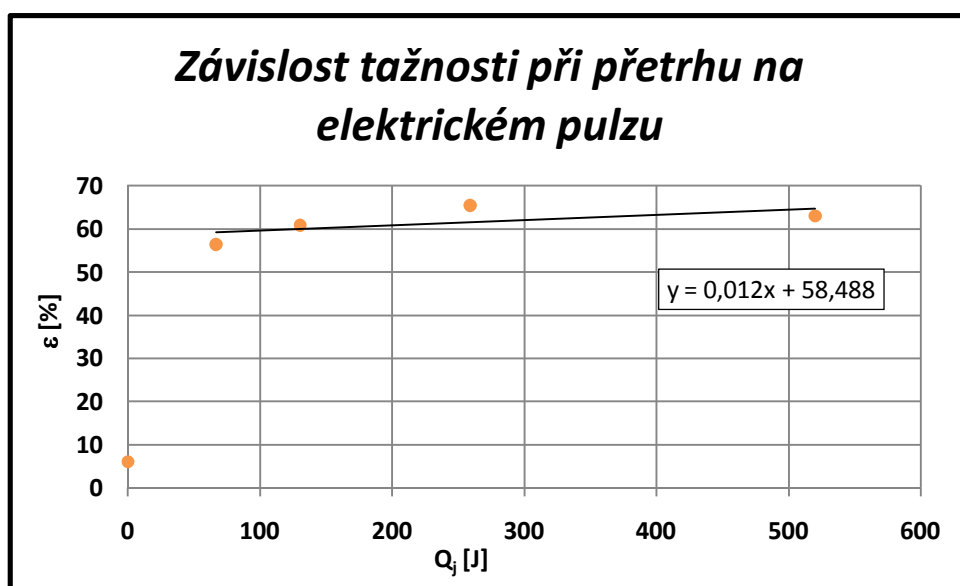
Obr.41 Závislost síly při přetrhu na elektrickém pulzu Q_j

Na Obr.41 je vidět, že vyšší sílu při přetrhu mají vzorky nežíhané. Ze žíhaných vzorků mají nejvyšší sílu při přetrhu vzorky žíhané 4 sec. Nejnižší sílu při přetrhu mají vzorky žíhané 16 sec. Závislost síly při přetrhu na elektrickém pulzu Q_j žíhaných vzorků má přibližně lineárně klesající závislost. Aproximační polynom bodů je zobrazen v grafu.



Obr.42 Závislost napětí při přetrhu na elektrickém pulzu Q_j

Na Obr.42 je vidět, že vyšší napětí při přetrhu mají vzorky nežíhané. Ze žíhaných vzorků mají nejvyšší napětí při přetrhu vzorky žíhané 4 sec. Nejnižší napětí při přetrhu mají vzorky žíhané 16 sec. Závislost napětí při přetrhu na elektrickém pulzu Q_j žíhaných vzorků má přibližně lineárně klesající závislost. Aproximační polynom bodů je zobrazen v grafu.



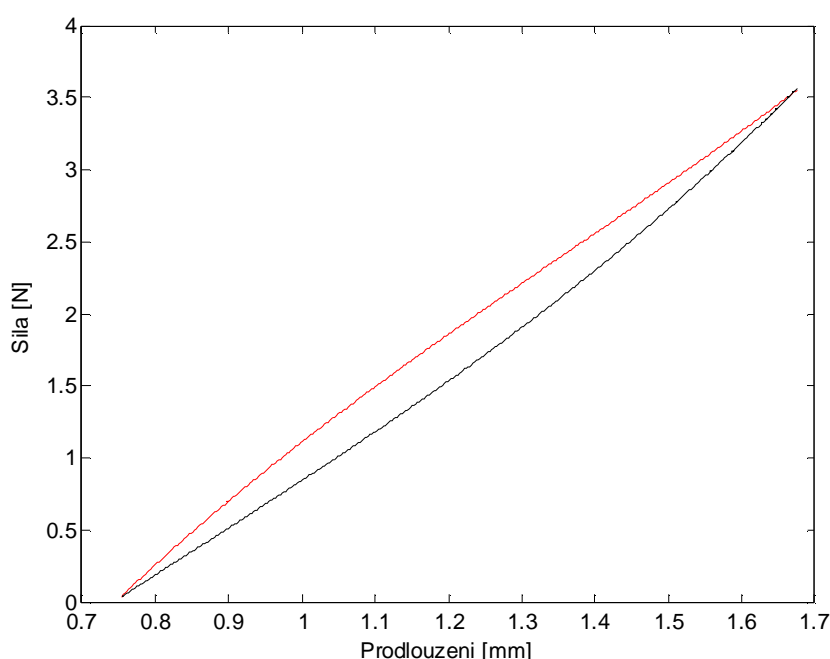
Obr. 43 Závislost tažnosti na elektrickém pulzu Q_j

Na Obr.43 je vidět, že nižší tažnost při přetrhu mají vzorky nežíhané. Ze žíhaných vzorků mají nejvyšší tažnost při přetrhu vzorky žíhané 10 sec. Nejnižší tažnost při přetrhu mají vzorky žíhané 2 sec. Závislost tažnosti při přetrhu na elektrickém pulzu Q_j žíhaných vzorků má přibližně lineárně rostoucí závislost. Aproximační polynom bodů je zobrazen v grafu.

5.6 Parametrizace cyklického namáhání

Charakteristickým znakem cyklického namáhání je hysterezní křivka. Pro navržení parametrizace cyklického namáhání byl použit výpočetní program Matlab, ve kterém byla stanovena hysterezní plocha a směrnice tečny v počátku pro hysterezní křivky.

Vzorek byl při testování v tahu deformován působením napětí. Takto vynaložená práce při zatěžování se rovná integrálu – plocha pod křivkou. Vynaložená práce je při odtížení částečně získána zpět. Grafické znázornění hystereze na Obr.44.



Obr.44 5.cyklos namáhání – NiTi6 4 sec žíhaný

Při výpočtu hysterezní plochy a směrnice tečny bylo postupováno:

1. Výběr cyklů z naměřených dat (1., 5., 10. cyklus)
2. Oddělení rostoucí části (červená křivka) od části klesající (černá křivka) z hysterezní křivky viz Příloha F1 pro NiTi5 a Příloha F2 pro NiTi6
3. Proložení jednotlivé části hystereze aproximačním polynomem příslušného řádu (rostoucí, klesající část cyklu)
4. Výpočet plochy pod křivkami viz Tab.12
5. Derivování (1.derivace) aproximačního polynomu \Rightarrow výpočet směrnice tečny. Hodnoty směrnic jsou uvedeny v Tab.13 a Tab.14

Plocha hystereze

Výsledná plocha hysterezní smyčky udává práci W [mJ] – energii potřebnou pro vytvoření cyklu. Hodnoty plochy hysterezní křivky jsou uvedeny v Tab. 12. Plocha hystereze byla vyjádřena pomocí aproximačních polynomů uvedených v příloze F1 Tab. 1 – Tab.5 pro NiTi5 a v příloze F2 Tab.1 – Tab.5 pro NiTi6. Charakteristické průběhy hysterezních křivek jsou přiloženy v příloze F1 Obr.1 – Obr.11 pro NiTi5 a v příloze F2 Obr.1 – Obr.11 pro NiTi6, kde červená část hysterezní křivky znamená růst napětí a černá část křivky pokles napětí.

Tab.12 Plochy hysterezní křivky v 1., 5. a 10. cyklu – NiTi5 a NiTi6

Cyklus	Parameter	NiTi5 [sec]					NiTi6 [sec]				
		Bez	2 s	4	8	16	Bez	2	4	10	16
1.	W[mJ]	0,17	8,69	7,75	8,14	9,59	0,15	2,23	2,34	3,06	2,05
5.	W[mJ]	0	0,19	0,19	0,20	0,24	0	0,14	0,19	0,22	0,14
10.	W[mJ]	0	0,15	0,14	0,15	0,17	0	0,12	0,16	0,18	0,11

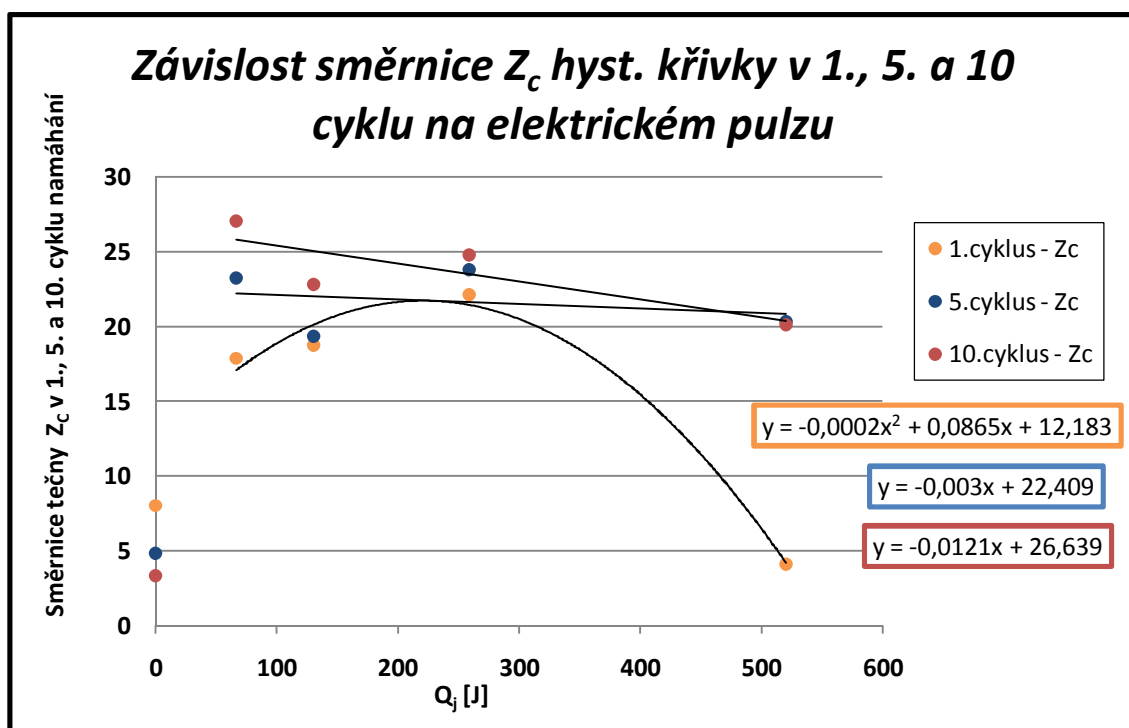
Směrnice tečny v počátku a konci cyklu

Pro vytvoření směrnice tečny v počátku cyklického namáhání byl použit aproximační polynom, který byl upraven dle postupu uvedeného výše. Z tohoto postupu byla získána směrnice tečny v počátku pro 1., 5. a 10. cyklus rostoucí (Z_c – směrnice v začátku cyklu) a klesající části hystereze (K_c – směrnice v konci cyklu). Průběh hysterezní křivky je na Obr.44. Do tohoto aproximačního polynomu byla dosazena hodnota bodu, ve kterém bylo požadováno určení směrnice. Výstupem byly hodnoty směrnice tečny uvedené v Tab.13 pro NiTi5 a v Tab.14 pro NiTi6. Hodnoty v Tab.13 a Tab.14 udávají, při jakém sklonu dochází k vytvoření hystereze. Jednotlivé hodnoty se pro jednotlivé cykly liší.

Tab.13 Směrnice tečny – cyklické namáhání NiTi5

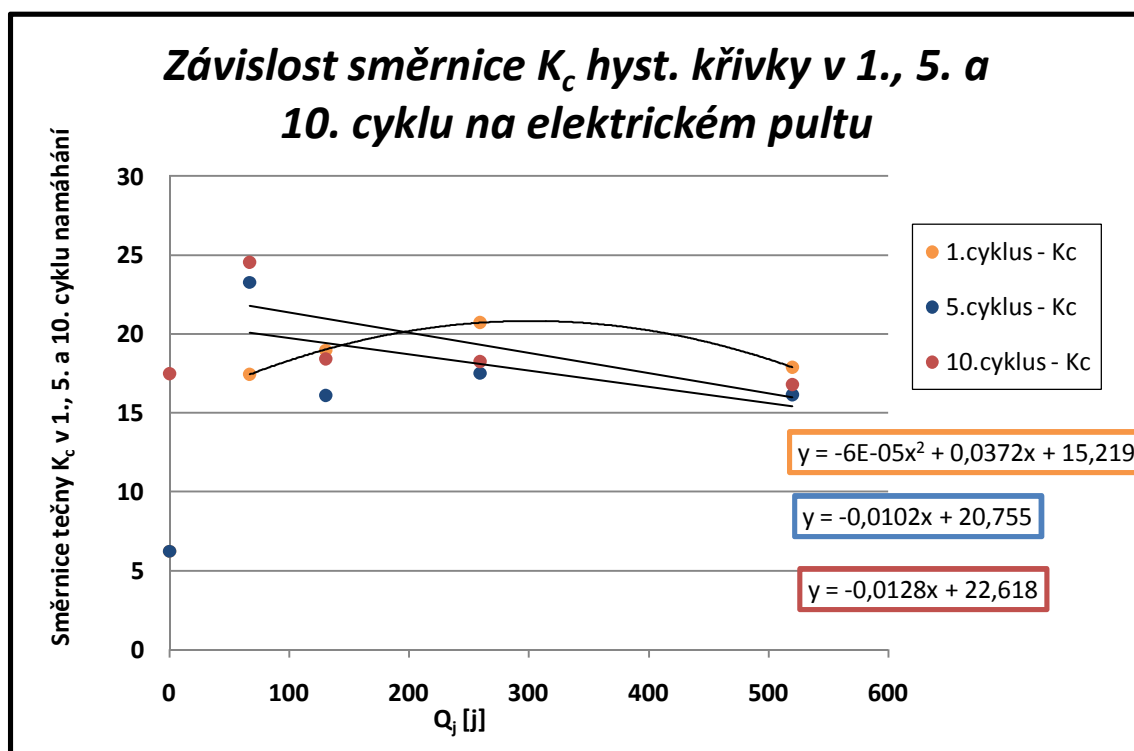
Cyklus	1.		5.		10.	
Žihání	Z_c	K_c	Z_c	K_c	Z_c	K_c
Bez	8,01	6,22	4,84	6,22	3,33	17,49
2 sec	17,87	17,46	23,26	23,26	27,05	24,55
4 sec	18,76	18,96	19,36	16,11	22,80	18,43
8 sec	22,12	20,74	23,79	17,50	24,78	18,26
16 sec	4,10	17,87	20,32	16,14	20,14	16,78

Porovnání směrnic tečen v závislosti na elektrickém pulzu Q_j v začátku cyklu Z_c a K_c jsou uvedeny na Obr.45 a na Obr.46. Hodnoty Q_j v grafu byly vynášeny v pořadí: bez, 2 sec, 4 sec, 8 sec a 16 sec žíhané vzorky.



Obr.45 Závislost směrnice tečny Z_c v 1., 5. a 10. cyklu namáhání na elektrickém pulzu – NiTi5

Na Obr.45 jsou zobrazeny směrnice tečny v začátku 1., 5. a 10. cyklu namáhání. Nejnižší hodnoty začátku cyklu Z_c směrnice tečny žíhaných vzorků jsou v 1. cyklu namáhání. Závislost směrnice tečny Z_c žíhaných vzorků na elektrickém pulzu Q_j v 1. cyklu namáhání má přibližně kvadratickou závislost. Nejvyšší hodnoty začátku cyklu Z_c směrnice tečny žíhaných vzorků jsou v 10. cyklu namáhání. Závislosti směrnice tečny Z_c žíhaných vzorků na elektrickém pulzu Q_j v 5. a 10. cyklu namáhání mají přibližně lineárně klesající závislost. Aproximační polynomy bodů jsou uvedeny v grafu.



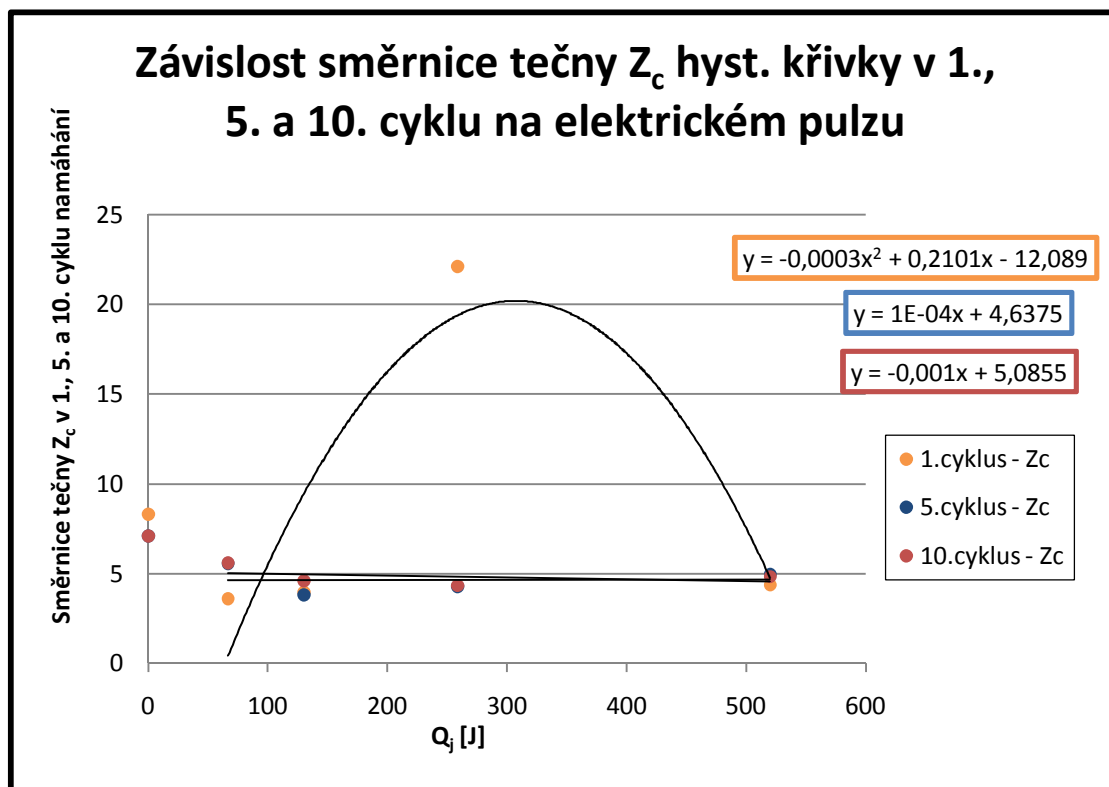
Obr.46 Závislost směrnice tečny K_c v 1., 5. a 10. cyklu namáhání na elektrickém pulzu – NiTi5

Na Obr.46 jsou zobrazeny směrnice tečny v konci 1., 5. a 10. cyklu namáhání. Nejnižší hodnoty konce cyklu K_c směrnice tečny žíhaných vzorků jsou v 1. cyklu namáhání. Závislost směrnice tečny K_c žíhaných vzorků na elektrickém pulzu Q_j v 1. cyklu namáhání má přibližně kvadratickou závislost. Nejvyšší hodnoty začátku cyklu K_c směrnice tečny žíhaných vzorků jsou v 10. cyklu namáhání. Závislosti směrnice tečny K_c žíhaných vzorků na elektrickém pulzu Q_j v 5. a 10. cyklu namáhání mají přibližně lineárně klesající závislost. Aproximační polynomy bodů jsou uvedeny v grafu.

Tab.14 Směrnice tečny – cyklických namáhání NiTi6

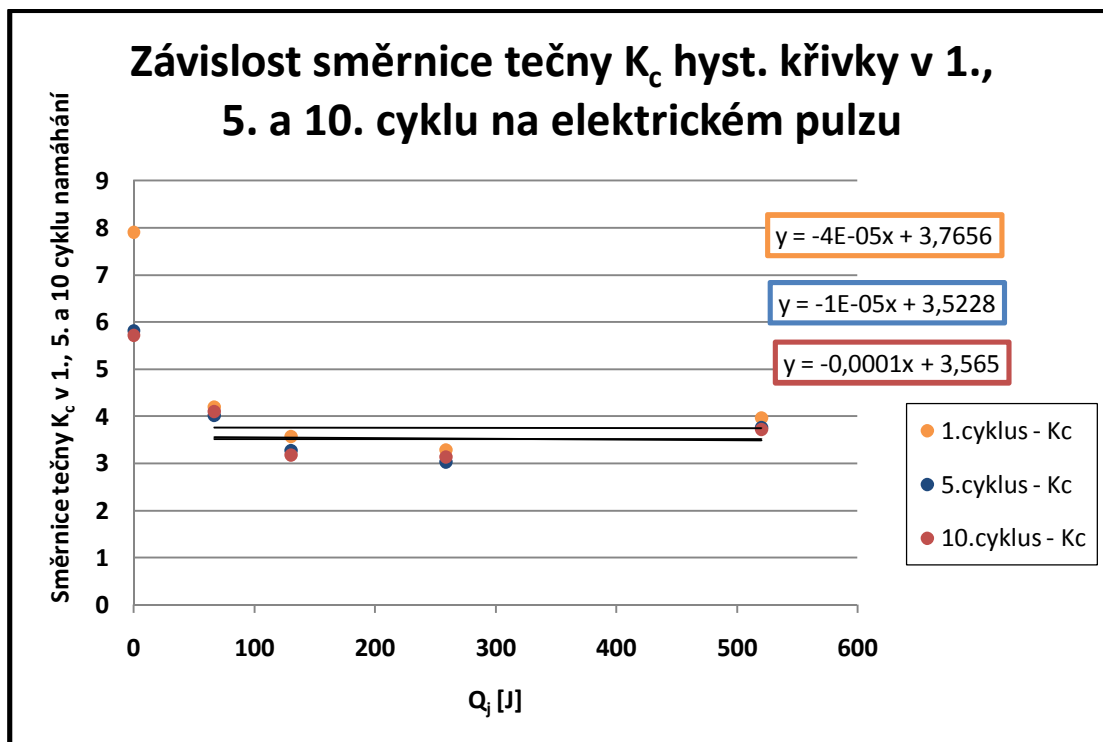
Cyklus	1.		5.		10.	
Žíhání	Z_c	K_c	Z_c	K_c	Z_c	K_c
Bez	8,33	7,91	7,10	5,81	7,10	5,72
2 sec	3,60	4,19	5,57	4,01	5,60	4,11
4 sec	3,96	3,57	3,82	3,28	4,62	3,17
10 sec	22,12	3,29	4,29	3,03	4,34	3,14
16 sec	4,38	3,97	4,96	3,76	4,84	3,72

Porovnání směrnic tečen v závislosti na elektrickém pulzu Q_j v začátku cyklu Z_c a K_c jsou uvedeny na Obr.47 a na Obr.48. Hodnoty Q_j v grafu byly vynášeny v pořadí: bez, 2 sec, 4 sec, 10 sec a 16 sec žíhané vzorky.



Obr.47 Závislost směrnice tečny Z_c v 1., 5. a 10. cyklu namáhání na elektrickém pulzu – NiTi6

Na Obr.47 jsou zobrazeny směrnice tečny v začátku 1., 5. a 10. cyklu namáhání. Závislost směrnice tečny Z_c žíhaných vzorků na elektrickém pulzu Q_j v 1. cyklu namáhání má přibližně kvadratickou závislost. Závislosti směrnice tečny Z_c žíhaných vzorků na elektrickém pulzu Q_j v 5. cyklu namáhání má přibližně lineárně rostoucí závislost. Závislosti směrnice tečny Z_c žíhaných vzorků na elektrickém pulzu Q_j v 10. cyklu namáhání má přibližně lineárně klesající závislost. Aproximační polynomy bodů jsou uvedeny v grafu.



Obr.48 Závislost směrnice tečny K_c v 1., 5. A 10 cyklu namáhání na elektrickém pulzu – *NiTi6*

Na Obr.48 jsou zobrazeny směrnice tečny v konci 1., 5. a 10. cyklu namáhání. Závislost směrnice tečny K_c žíhaných vzorků na elektrickém pulzu Q_j v 1., 5. a 10. cyklu namáhání má přibližně lineárně klesající závislost. Aproximační polynomy bodů jsou uvedeny v grafu.

Diskuse výsledků cyklického namáhání

NiTi5

Testováním NiTi5 cyklickým namáháním bylo zjištěno, že se hysterezní plochy objevují v oblasti od 2 - 4 % tažnosti u vzorků upravených pomocí elektrických pulzů Q_j . U vzorků vláken neupravených pomocí elektrických pulzů Q_j se jednotlivé hysterezní cykly vrací téměř zpět do počátku. Velikost hysterezní plochy je pro vzorky nežíhané téměř minimální. U vláken žíhaných se hysterezní plochy v 1. cyklu namáhání liší od hysterezních ploch v 10. cyklu namáhání. S rostoucím počtem cyklů se hysterezní plocha zmenšuje. Hysterezní plochy se s rostoucí dobou žíhání zvyšují.

Nejvyšší tažnost při přetrhu mají vzorky s průchodem pulzu po dobu 16 sec. Hodnota tažnosti při přetrhu je přibližně 8 %. Nejnižší tažnost při přetrhu u vzorků upravených pomocí elektrických pulzů Q_j mají vzorky 8 sec žíhané. Nejvyšší sílu při přetrhu ze vzorků žíhaných mají vzorky s dobou průchodu elektrického pulzu 2 sec. Hodnota nejvyšší síly při přetrhu je 40,6 N. Nejnižší síla při přetrhu u vzorků žíhaných je u 16 sec žíhaných vzorků. Hodnota nejnižší síly při přetrhu je 36,54 N. Nejvyšší napětí při přetrhu ze vzorků žíhaných mají vzorky s průchodem pulzu po dobu 2 sec. Nejvyšší hodnota napětí při přetrhu je 1,293 GPa. Nejnižší napětí při přetrhu ze vzorků žíhaných mají vzorky s průchodem pulzu po dobu 16 sec. Nejnižší hodnota napětí při přetrhu je 1,164 GPa. Porovnáme-li vzorky upravené pomocí elektrických pulzů Q_j a vzorky bez úpravy, mají vzorky bez úpravy nejnižší tažnost při přetrhu ze všech vzorků, jejíž hodnota je 7,44 %. Nejvyšší sílu při přetrhu mají vzorky nežíhané v porovnání se vzorky žíhanými. Hodnota nejvyšší síly při přetrhu je 55 N. Vzorky nežíhané mají v porovnání se vzorky žíhanými i nejvyšší napětí při přetrhu. Hodnota napětí při přetrhu pro vzorky nežíhané je 1,75 GPa.

Mechanických parametry σ a F při přetrhu žíhaných vzorků v závislosti na elektrickém pulzu Q_j mají přibližně lineárně klesající závislosti. Z toho plyne, že se zvyšující se dobou žíhání nám klesá σ a F při přetrhu. Závislost ϵ při přetrhu žíhaných vzorků na elektrickém pulzu Q_j má přibližně lineárně rostoucí závislost. Závislosti parametrů na elektrickém pulzu Q_j jsou uvedeny na Obr.33-35.

Směrnice tečny Z_c v počátku 1. cyklu namáhání v závislosti na elektrickém pulzu Q_j žíhaných vzorků má kvadratickou závislost. Směrnice tečny Z_c v počátku 5. a 10. cyklu namáhání v závislosti na elektrickém pulzu Q_j žíhaných vzorků má přibližně lineárně klesající závislost. Grafické porovnání směrnic je na Obr.45.

Směrnice tečny K_c v počátku 1. cyklu namáhání v závislosti na elektrickém pulzu Q_j žíhaných vzorků má kvadratickou závislost. Směrnice tečny K_c v počátku 5. a 10. cyklu namáhání v závislosti na elektrickém pulzu Q_j žíhaných vzorků má přibližně lineárně klesající závislost. Grafické porovnání směrnic je na Obr.46.

NiTi6

Testováním NiTi6 cyklickým namáháním bylo zjištěno, že se hysterezní plochy objevují v oblasti 1 % - 4,5 % tažnosti u vzorků upravených pomocí elektrických pulzů Q_j . U vzorků vláken bez úpravy se cykly vracely téměř zpět do počátku. Velikost hysterezní plochy je pro vzorky nežíhané téměř minimální. U vláken žíhaných se hysterezní plochy v 1. cyklu namáhání liší od hysterezních ploch v 10. cyklu namáhání. S rostoucím počtem cyklů se hysterezní plocha zmenšuje. Hysterezní plochy se s rostoucí dobou žíhání zvyšují.

Nejvyšší tažnost při přetrhu mají vzorky s průchodem pulzu po dobu 10 sec. Hodnota tažnosti při přetrhu je přibližně 65,42 %. Nejnižší tažnost při přetrhu u vzorků upravených pomocí elektrických pulzů Q_j mají vzorky 2 sec žíhané, jejichž hodnota je 56,41 %. Nejvyšší sílu při přetrhu ze vzorků žíhaných mají vzorky s dobou žíhání 4 sec. Hodnota nejvyšší síly při přetrhu je 7,28 N. Nejnižší síla při přetrhu u vzorků žíhaných je u 16 sec. Hodnota nejnižší síly při přetrhu je 7,16 N. Nejvyšší napětí při přetrhu ze vzorků žíhaných mají vzorky s průchodem pulzu po dobu 4 sec. Nejvyšší hodnota napětí při přetrhu je 927,05 MPa. Nejnižší napětí při přetrhu mají vzorky žíhané 16 sec. Nejnižší hodnota napětí při přetrhu je 911,5 MPa. Porovnáme-li vzorky upravené pomocí elektrických pulzů Q_j a vzorky bez úpravy, mají vzorky bez úpravy nejnižší tažnost při přetrhu ze všech vzorků, jejíž hodnota je 6,05 %. Nejvyšší sílu při přetrhu mají vzorky nežíhané v porovnání se vzorky žíhanými. Hodnota nejvyšší síly při přetrhu je 13,67 N. Vzorky nežíhané mají v porovnání se vzorky žíhanými i nejvyšší napětí při přetrhu. Hodnota napětí při přetrhu pro vzorky nežíhané je 1741,25 MPa.

Závislosti mechanických parametrů σ a F při přetrhu žíhaných vzorků v závislosti na elektrickém pulzu Q_j jsou lineárně klesající. Z toho plyne, že se zvyšující se dobou žíhání nám klesá σ a F při přetrhu. Závislost ϵ při přetrhu vzorků v závislosti

na elektrickém pulzu Q_j má přibližně lineárně rostoucí závislost. Závislosti parametrů na elektrickém pulzu jsou uvedeny na Obr.41-43.

Směrnice tečny Z_c v počátku 1. cyklu namáhání v závislosti na elektrickém pulzu Q_j žíhaných vzorků má kvadratickou závislost. Směrnice tečny Z_c v počátku 5. cyklu namáhání v závislosti na elektrickém pulzu Q_j žíhaných vzorků má přibližně lineárně rostoucí závislost. Směrnice tečny Z_c v počátku 10. cyklu namáhání v závislosti na elektrickém pulzu Q_j žíhaných vzorků má přibližně lineárně klesající závislost. Grafické porovnání směrnic je na Obr.47.

Směrnice tečny K_c v počátku 1., 5. a 10. cyklu namáhání v závislosti na Q_j žíhaných vzorků má přibližně lineárně klesající závislost. Grafické porovnání směrnic je na Obr.48.

6 Vyhodnocení křivek DSC

Vzorky vláken NiTi5 a NiTi6 předem připravené žíháním viz kapitola 4.2 byly připraveny pro testování na přístroji DSC. Postup provedení zkoušky je uveden v kapitole 4.4.

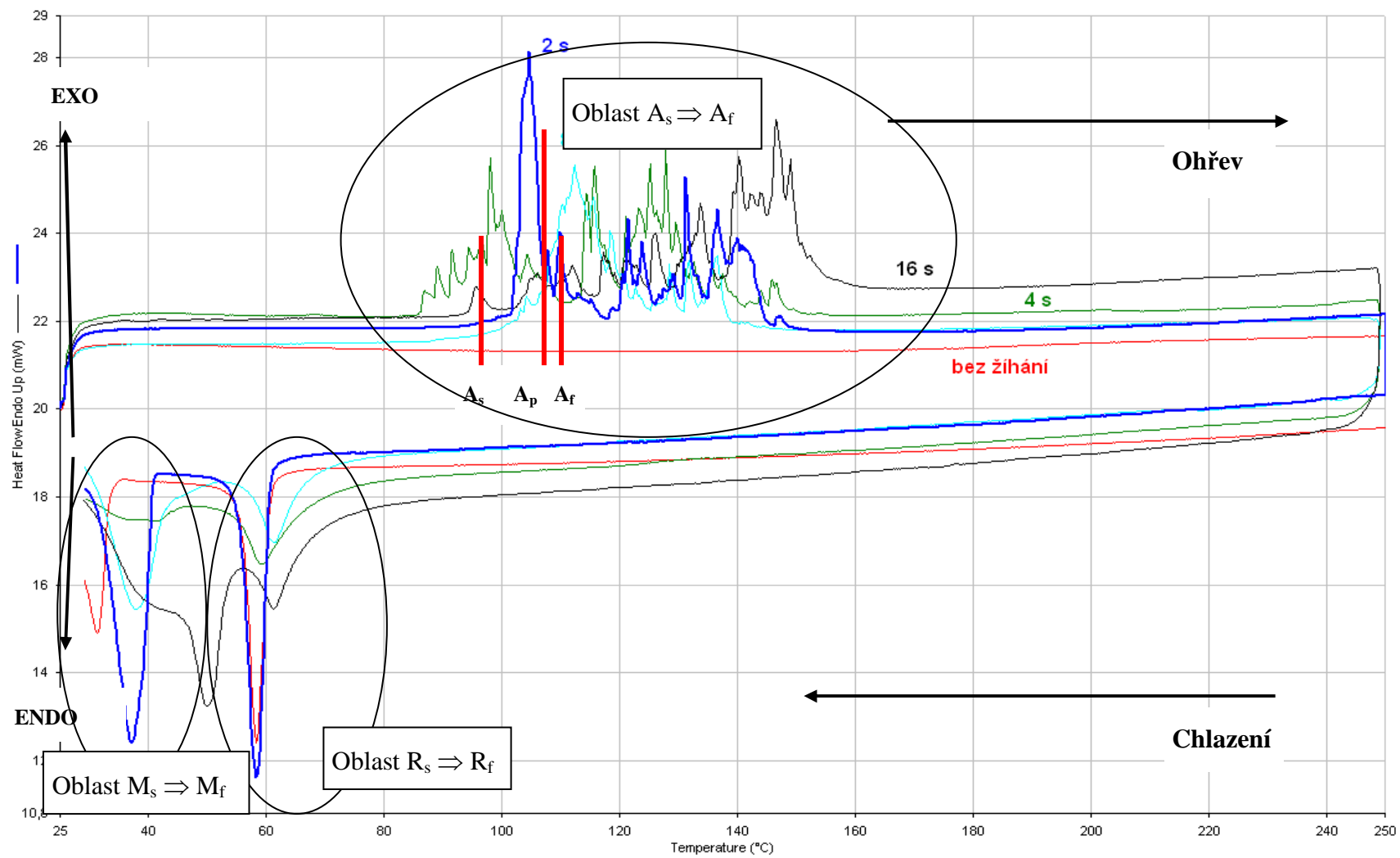
Typickým znakem těchto křivek je pík (viz kapitola 2.3.1 Obr.11) směřující směrem nahoru od osy X. Tento pík je pouze u vzorků připravených žíháním a jmenuje se pík Austenitu. Začátek píku A_s (Austenit start) udává počáteční teplotu přeměny Austenitu při zahřívání. Konec píku A_f (Austenit finish) ukazuje konečnou teplotu transformace Austenitu při zahřívání. Výsledné křivky jsou uvedené na Obr.49 a Obr.50, jednotlivé průběhy křivek jsou uvedeny v příloze E1 a E2.

Dalším prvkem křivek je pík směřující směrem k ose X. Tento pík vzniká při ochlazování vzorku a jmenuje se pík Martenzitu. Začátek píku M_s (Martenzit start) udává oblast začátku přeměny Martenzitu při ochlazování. Konce píku M_f (Martenzit finish) ukazuje oblast, ve které končí přeměna Martenzitu.

Mezi přeměnou z Austenitu do Martenzitu může vznikat R-fáze. Pík R-fáze směřuje směrem k ose X. R-fáze je charakteristická teplotami začátek píku R_s (Rhombohedral start), kdy tato přeměna začíná. Při R_f (Rhombohedral finish) fázová přeměna R-fáze končí.

V Tab.15 jsou uvedeny přechody jednotlivých fází, teploty při kterých se píky začínají tvořit, plochy jednotlivých píků A_p , M_p , R_p a množství tepla (měrné teplo) dodaného vzorku pro přechod fází.

Obr. 49 DSC křivky – NiTi5



Z Obr.49 je vidět charakteristický průběh křivek NiTi5 vláken (připravených pomocí rozdílných elektrických pulzů) naměřených na přístroji DSC.

Je vidět, že u vzorků bez žíhání nedochází k fázové transformaci z A_s do A_f při zahřívání. U vzorků žíhaných 2 sec je teplota A_s vyšší než u ostatních materiálů. Teplotní interval $A_s - A_f$ u vzorků žíhaných 2 sec je nejužší. Nejširší teplotní interval přechodu z A_s do A_f vykazují vzorky žíhané 16 sec. V těchto případech se jedná o EXOTERMNÍ děj.

Z Obr.49 je vidět, že materiál nežíhaný má Martenzit pík směřující dolů, který vzniká při ochlazování materiálu. Dále je vidět, že nejširší teplotní interval $M_s - M_f$ mají vzorky žíhané 4 sec. Následně se ze zvyšující se dobou žíhání tento interval zkracuje. Nejužší interval mají vzorky žíhané 2 sec. Jedná se o ENDOTERMNÍ děj.

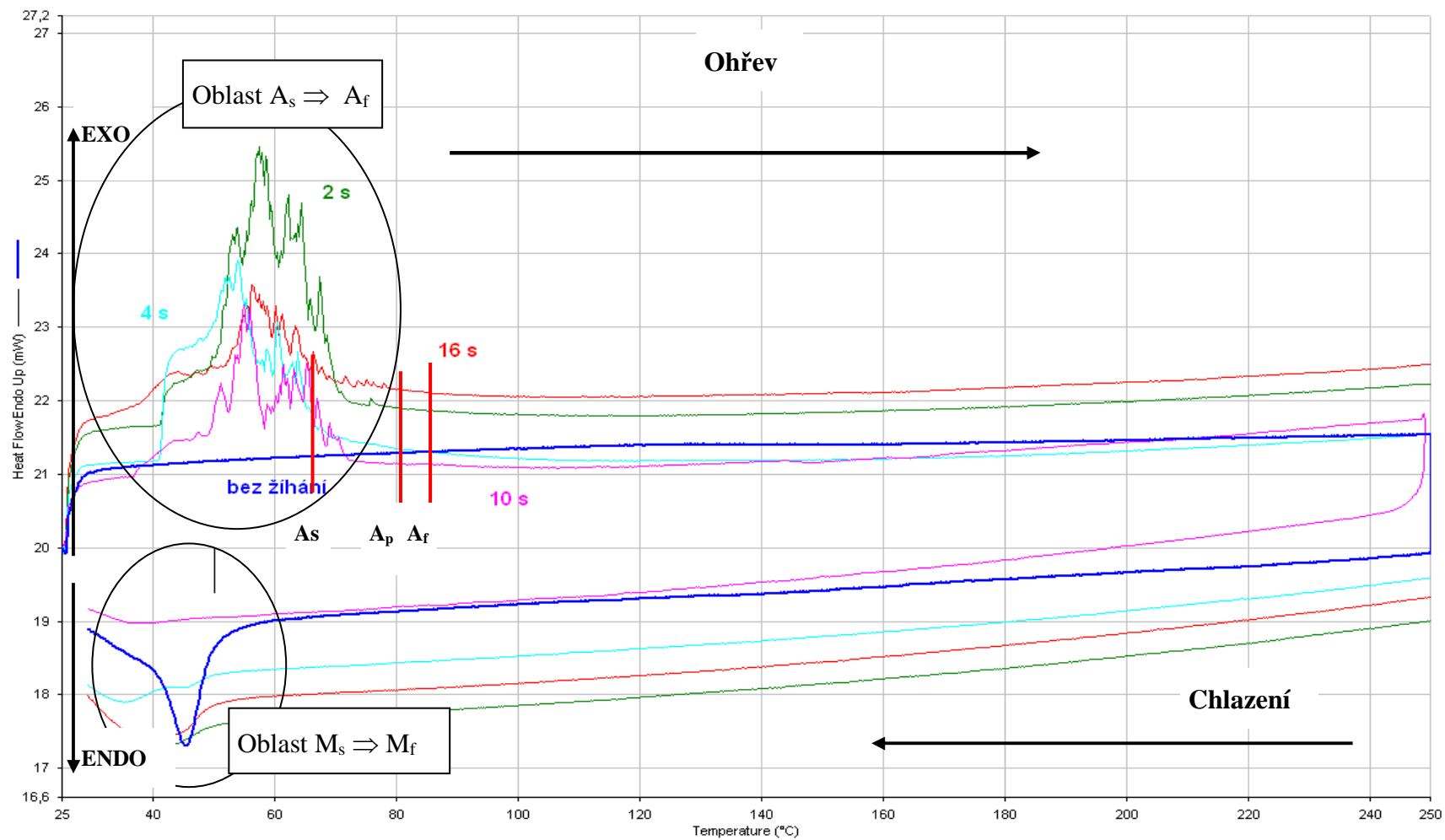
Porovnáním teplot píků A_p (pík Austenitu) bylo zjištěno, že nejvyšší teplotu mají vzorky žíhané 16 sec, jejíž hodnota je 146,51 °C. Nejnižší teplotu mají vzorky žíhané 2 sec a to 106,66 °C. Vzorky nežíhané tuto teplotu píku nemají.

Teplota píku M_p (pík Martenzitu) je nejvyšší u vzorků žíhaných 8 sec 64,53 °C a nejnižší teplotu mají vzorky žíhané 2 sec 58,36 °C.

Hodnoty při přeměnách z A_s do A_f , z M_s do M_f jsou uvedeny v Tab.15. Průběhy jednotlivých křivek z DSC a jejich grafické vyhodnocení viz Příloha E1.

Červeně zaznačené hodnoty v Obr.49 ukazují teploty A_f , A_p a A_f udávané výrobcem v materiálových listech. Teploty zjištěné při testování jsou podobné u vzorků žíhaných 2 sec.

Obr. 50 DSC křivky – NiTi6



Z Obr.50 je vidět charakteristický průběh křivek NiTi6 vláken (připravených pomocí rozdílných elektrických pulzů) naměřených na přístroji DSC.

Je vidět, že u vzorků bez žíhání nedochází k transformaci $A_s - A_f$ při zahřívání vzorku. U vzorků žíhaných 10 sec je teplota A_s vyšší než u ostatních materiálů. Teplotní interval $A_s - A_f$ u vzorků žíhaných 2 sec je nejužší. Nejširší teplotní interval přechodu z A_s do A_f vykazují vzorky žíhané 16 sec. Jedná se o EXOTERMNÍ děj.

Z obrázku je také vidět, že materiál nežíhaný má pík směřující směrem dolů M_p pík vniklý při ochlazení vzorku. Dále je vidět, že nejširší teplotní interval $M_s - M_f$ mají vzorky žíhané 10 sec. Následně se snižující se dobou žíhání tento interval zkracuje. Toto pravidlo neplatí pro vzorky nežíhané. Nejužší interval mají vzorky žíhané 2 sec. Vzorky žíhané 16 sec tento pík nemají. Jedná se o ENDOTERMNÍ děj.

Porovnáním teplot píků A_p (pík Austenitu) bylo zjištěno, že nejvyšší teplotu píku A_p mají vzorky žíhané 10 sec, jejíž hodnota je 63,35 °C. Nejnižší teplotu A_p mají vzorky žíhané 4 sec a to 53,86 °C. Vzorky nežíhané tuto teplotu píku nemají.

Teplota píku M_p (pík Martenzitu) je nejvyšší u vzorků nežíhaných 48,37 °C a nejnižší teplotu mají vzorky žíhané 4 sec 27,41 °C. U vzorků žíhaných 16 sec tento pík není.

Konkrétní hodnoty při přeměnách z A_s do A_f , z M_s do M_f a další charakteristiky jsou uvedeny v Tab.15. Průběhy jednotlivých křivek z DSC a jejich grafické vyhodnocení viz Příloha E2.

Červeně zaznačené hodnoty v Obr.5 ukazují teploty A_s , A_p a A_f udávané výrobcem v materiálových listech. Tyto teploty se liší od teplot zjištěných při testování (A_s je odlišný o 26,55°C, A_p je odlišný o 31,54°C, A_f odlišný o 13,68°C).

Tab.15 Charakteristika průběhu křivek DSC – NiTi5 a NiTi6

Parametr	Jednotky	NiTi5					NiTi6				
		Bez žhání	2 sec	4 sec	8 sec	16 sec	Bez žhání	2 sec	4 sec	10 sec	16 sec
		Přechod $A_s \Rightarrow A_f$									
Pík A_p	°C	-	104,66	127,68	112,35	146,51	-	57,35	53,86	63,35	56,19
Plocha píku	mJ	-	384,28	429,04	329,98	381,45	-	217,94	231,86	197,19	149,65
Měrné teplo	J/g	-	26,14	28,79	26,61	24,14	-	15,35	16,80	15,90	14,96
A_s	°C	-	92,96	82,18	84,47	88,09	-	45,45	39,49	50,14	29,15
A_f	°C	-	150,80	154,69	148,32	169,37	-	79,32	75,53	85,56	83,16
Tepelný tok A_s	mW	-	21,82	22,17	21,82	22,75	-	22,29	21,18	21,89	21,72
Tepelný tok A_f	mW	-	21,88	22,11	21,53	22,10	-	21,91	21,41	22,24	22,14
		Přechod $M_s \Rightarrow M_f$									
Pík M_p	°C	29,87	37,15	36,21	35,37	45,01	25,48	28,07	27,74	28,89	-
Plocha píku	mJ	3,37	-220,54	5,89	6,07	-0,33	-70,16	29,28	20,54	90,26	-
Měrné teplo	J/g	0,31	-15,00	0,39	0,49	-0,02	-5,61	2,06	1,48	7,28	-
M_s	°C	36,87	41,49	47,56	53,20	56,54	30,73	35,55	35,32	50,14	-
M_f	°C	27,63	29,16	30,03	28,93	43,39	25,07	25,65	25,65	25,65	-
Tepelný tok M_s	mW	21,47	18,51	22,17	21,49	22,04	21,04	21,64	21,16	21,89	-
Tepelný tok M_f	mW	21,29	18,20	22,03	21,36	22,04	20,01	20,29	20,24	20,38	-
		Přechod $R_s \Rightarrow R_f$									
Pík R_p	°C	59,21	58,36	60,19	64,54	59,04	48,37	41,04	-	-	-
Plocha píku	mJ	0,23	-149,27	-0,84	-0,80	1,15	0,63	0,17	-	-	-
Měrné teplo	J/g	0,02	-10,16	-0,06	-0,07	0,07	0,05	0,01	-	-	-
R_s	°C	67,00	65,68	80,42	79,88	81,52	62,71	45,23	-	-	-
R_f	°C	47,43	47,65	47,78	52,98	56,32	38,01	38,85	-	-	-
Tepelná tok R_s	mW	21,45	18,90	22,16	21,52	22,09	21,23	22,28	-	-	-
Tepelný tok R_f	mW	21,39	18,48	22,11	21,49	22,04	21,11	21,65	-	-	-

Závěr

Experimentální část práce byla zaměřena na testování mechanických vlastností NiTiNOLových vláken paměťového typu. Vlákná předem připravená žíháním v laboratoři KNT byla testována na dynamometru a na přístroji DSC.

Z testování vláken prostým namáháním na dynamometru se prokázalo, že vlákna NiTi5 s dobou žíhání 2 sec mají charakteristické Plató tzn.: v oblasti plata roste prodloužení vzorku, ale síla se nemění. Vlákná NiTi6 charakteristické plato nemají. Naměřené parametry síla F , napětí σ a deformace ε při přetrhu NiTi5 a NiTi6 vzorků žíhaných v závislosti na elektrickém pulzu Q_j mají přibližně lineárně klesající závislost. V průběhu tahové pracovní zkoušky byly stanoveny moduly: E_p , $E_{3\%}$, $E_{6\%}$ a $E_{10\%}$. Pro vlákna NiTi5 bez úpravy nebylo možno stanovit modul $E_{10\%}$ z důvodu destrukce vlákna před dosažením 10 % tažnosti. Pro vlákna NiTi6 bez úpravy nešlo stanovit modul $E_{6\%}$ a $E_{10\%}$ z důvodu destrukce vlákna před dosažením 10 % tažnosti. Charakteristická závislost NiTi5 a NiTi6 modulu E_p , $E_{3\%}$, $E_{6\%}$ a $E_{10\%}$ v závislosti na Q_j je přibližně lineárně rostoucí. Experimentálně bylo zjištěno, že směrnice tečny v počátku v závislosti na elektrickém pulzu Q_j mají přibližně lineárně rostoucí závislost. Oba typy vláken mají odlišné chování při zatěžování, které je uvedeno na Obr.17 pro NiTi5 a Obr.22 pro NiTi6.

Nežíhaná vlákna NiTi5 a NiTi6 mají hysterezní plochu téměř nulovou. U žíhaných vláken NiTi5 se objevují hysterezní plochy v oblasti 2 – 4 % tažnosti a trvalá deformace je v intervalu 0 – 2 % tažnosti. U žíhaných vláken NiTi6 se hysterezní plochy tvořily v oblasti 1 – 4,5 % tažnosti a trvalá deformaci je v intervalu 0 – 1,5 % tažnosti. Hysterezní plochy jsou uvedeny na Obr.28 – Obr.32 pro NiTi5 a Obr.36 – Obr.40. Parametry síla F a napětí σ při přetrhu NiTi5 a NiTi6 žíhaných vzorků v závislosti na elektrickém pulzu Q_j mají přibližně lineárně klesající závislost. Parametr deformace ε při přetrhu NiTi5 a NiTi6 v závislosti na elektrickém pulzu Q_j má přibližně lineárně rostoucí závislost. Závislosti směrnice tečny v začátku Z_c a konci cyklu K_c testovaných vláken NiTiNOLů v 1. cyklu namáhání v závislosti na elektrickém pulzu Q_j nevykazují lineární závislosti. V 5. a 10. cyklu namáhání hysterezní křivky lze předpokládat přibližně lineární závislost.

Testováním NiTiNOlových vláken typu NiTi5 a NiTi6 na přístroji DSC bylo zjištěno, že u vzorků nežíhaných dochází během ohřívání vzorku k tvorbě Austenitní fáze. Během ochlazování u NiTiNOlových vláken docházelo k fázové transformaci z R-fáze do Martenzitické fáze. Testováním NiTi5 vláken byla objevena R-fáze mezi fázovým přechodem z Austenitické (A_s , A_f , A_p) do Martenzitické (M_s , M_f , M_p) fáze. R-fáze u vláken NiTi6 byla naměřena jen u vzorků žíhaných 4sec. Hodnoty Austenitické fáze (A_s , A_f , A_p) uváděné v materiálových listech jsou přibližně shodné pouze u NiTi5, u NiTi6 jsou odlišné (A_s je odlišný o 26,55°C, A_p je odlišný o 31,54°C, A_f odlišný o 13,68°C). Vlastnosti v materiálových listech jsou uváděny pro ingot.

Odlišnosti naměřených parametrů testovaných NiTiNOlových vláken jsou pravděpodobně spojeny i s chemickým složením materiálu. Jednotlivé příměsi mohou ovlivnit průběhy a výsledky zkoušek. Testováním bylo prokázáno, že žíhání skutečně ovlivní vlastnosti vláken.

Na základě experimentu bylo zjištěno, že během krátké doby žíhání (2 sec) dochází k rychlé transformaci krystalické mřížky. Delší doba žíhání vláken nemá významný vliv na změny parametrů.

Z výsledků práce lze vyvodit, že tepelná úprava NiTiNOlových vláken je velmi důležitou operací, která vláknům dává charakteristické vlastnosti. Tepelná úprava by měla být volena dle potřeb aplikace vláken v praxi.

Použitá literatura

- [1] Vašina, M.; Šolc, F.: Paměťové materiály: Pohony pro robotiku. In Paměťové materiály - pohony pro robotiku 1. Vysoké učení technické v Brně: Ústav automatizace a měřicí techniky, 2003. s. 2.
- [2] Lagoudas, D. C.: Shape Memory Alloys: Modeling and engineering application, Springer, 2008, [cit. 2011-03-12].
- [3] Hodgson, D. E., Brown, J. W.: Using Nitinol Alloys, Shape Memory Alloys, California, 2000. [cit. 2010-12-08].
- [4] Gruber, J.: NiTiNOL. Zpravodaj SPŠS Plzeň. 2007, s. 2s.
- [5] Jackson, C. M., Wagner, H. J., Wasilewski, R. J.: 55-NiTi–The alloy with a memory: Its physical metallurgy, properties and applications, Tech. Rep. NASA SP-5110, NASA Technology Utilization Office, Washington, D. C. (1972), [cit. 2011-02-10].
- [6] Szurman, I.; Kursá, M.; Losertová, M.; Charakteristika a vlastnosti paměťových materiálů na bázi NiTi a možnosti jejich modifikace. Hradec nad Moravicí: VŠB – TU OSTRAVA, 2004. s. 7.
- [7] Fyzikální ústav akademie věd [online]. [cit. 2010-10-29]. Materiály s tvarovou pamětí (SMA). Dostupné z WWW: http://department.fzu.cz/ofm/sma//brana_cz/index.php
- [8] Militký, J.: Textilní vlákna Klasická a speciální. Liberec: Technická univerzita v Liberci, 2002. 273 s.
- [9] Otsuka, K.; Ren, X.: Recent developments in the research of shape memory alloys. ELSEVIER. 1999, 7, s. 511-528.
- [10] Lizák, P.; Militký, J.: Technické textilie. Ružomberk: Nadácia pre rozvoj textilného vysokoškolského vzdelávania, 2002. 347 s.
- [11] Behl, M.; Lendlein, A.: Shape-memory polymers. REVIEW. 2007, 4, s. 19-28.
- [12] Lendlein, A.; Kelch, S.: Shape-Memory Polymers. Germany: Angewandte Chemie International Edition, 2002. 2034–2057 s., [cit. 2011-01-20].
- [13] Lendlein, A.; Kelch, S. Shape memory effect. Angewandte chemie. 2002, [cit. 2011-03-01].

- [14] Muhammad, Y. R.; Mathias, A.: Thermal, electrical and magnetic studies of magnetite filled polyurethane shape memory polymers. Materials science and engineering. 2007, s. 227-235., [cit. 2011-03-05].
- [15] Novák, V. Tvarová paměť. In Tvarová paměť. Praha: Fyzikální ústav AV ČR, 1999. s. 8.
- [16] Humbeeck, J. V.: Shape Memory Alloys: A Material and a Technology. Advanced Engineering Materials. 2001, [cit. 2011-02-01].
- [17] Wikipedie [online] 5. 10. 2010 [cit. 2010-10-31]. Dostupné z WWW: http://cs.wikipedia.org/wiki/Slitiny_s_tvarovou_pam%C4%9Bt%C3%AD
- [18] Ryhänen, J.: Biocompatibility evaluation of nickel-titanium shape memory metal alloy. Oulu: Oulu University Library Yliopisto, 2000 [cit. 2011-01-13].
- [19] Nurveren, K.; Akdogan, A.; Huang, W.M.: Evolution of transformation characteristics with heating/cooling rate in NiTi shape memory alloys. ELSEVIER. 2008, s. 129-134.
- [20] Mizar S.P.: Thermomechanical Characterization of NiTiNOL. Disertační práce, Worcester Polytechnic Institute, 2005
- [21] Šitner, P.; Sipola, M.: Thermomechanical model for NiTi shape memory wires. Smart materials and structures. 2010, 19, s. 1-11.
- [22] Memory Wire. B-1490 Court-Saint-Etienne (Belgie). 2002, s. 1-8.
- [23] Funkční chování. Wikimedia commons [online]. 2008, [cit. 2010-10-30]. Dostupný z WWW: http://commons.wikimedia.org/wiki/File:Funk%C4%8Dn%C3%AD_chov%C3%A1n%C3%AD.png
- [24] Novák, V.; Šitner, P.: Slitiny s tvarovou pamětí: slitiny s tvarovou pamětí. In Slitiny s tvarovou pamětí. Praha: Fyzikální ústav AV ČR, s. 8.
- [25] Stoeckel, D.; Weikang, Y.: Superelastic NiTi Wire. Wire Journal International. March 1991, s. 45-50.
- [26] Kursá, M.; Pacholek, P.: Metalurgické charakteristiky tvarově paměťových materiálů na bázi Ni-Ti-Me. Hradec nad Moravicí: Vysoká škola Báňská – TU Ostrava, Ostrava – Poruba, 2002. s. 10.
- [27] Fyzikální ústav akademie věd [online]. 2008-2010 [cit. 2010-11-09]. Funkční materiály a kompozity. Dostupné z WWW: <http://www.fzu.cz/oddeleni/oddeleni-funkcnich-materialu/significant-results/funkcni-materialy-a-kompozity#vysledek4>

- [28] Svoboda, E.: Přehled středoškolské fyziky. Olomouc: Prometheus, spol.s.r.o., 2001. 497 s.
- [29] Polch, J.; Heller, L.; Šitner, P.: Heat treatment of thin NiTi filaments by electric current. Institute of Physics of the ASCR. 2010, s. 1-3.
- [30] Mičkal, K.: Technická mechanika I. Praha 4: Informatorium, spol. s.r.o., 2008. 213 s.
- [31] Černoch, S.: Strojně technická příručka. Třinácté upravené vydání. Praha: SNTL - nakladatelství technické literatury, 1977. 1296 s.
- [32] Přednášky z předmětu MTA
- [33] Höhne, G.W.H.; Hemminger, W.F.; Flammersheim, H.J. Differential Scanning Calorimetry. Germany: Springer - Verlag Berlin Heidelberg New York, 2003. 281 s., [cit. 2011-03-01].
- [34] Measuring Transformation Temperatures in Nitinol Alloys. Johnson Matthey Medical. 2011, [cit. 2011-03-16].
- [35] Fiala, J.; Mentl, V.; Šutta, P.: Struktura a Vlastnosti materiálů. Praha 2 : Akademie věd České republiky, 2003. 572 s.
- [36] Drozd, Z.: Křivky plastické deformace - technická praxe. In Křivky plastické deformace - technická praxe [online]. Praha 2 : KDF MFF UK, Ke Karlovu 3, [cit. 2011-04-08]. Dostupné z WWW: http://kdf.mff.cuni.cz/veletrh/sbornik/rozsirene/Drozd/krivky_tech_praxe.html
- [37] Pospíšil, M.: Technická fyzika VII. - Pružnost a pevnost 1. Olomouc: Výzkumný Ústav odborného školství v Praze, 1966. 105 s.
- [38] Heller L., Křemenáková D.: Funkční textilie na bázi vláken s tvarovou pamětí NiTi. Fyzikální ústav AVČR, v.v.i. [citováno dne 2011-04-19].
- [39] ProcessAssociates [online]. - [cit. 2011-05-04]. Heat Transfer coefficients – Overall Heat Transfer Coefficient U. Dostupné z WWW: http://www.processassociates.com/process/heat/u_calc.htm

Normy:

- [40] (420310) ČSN EN 10002-1: Kovové materiály - Zkoušení tahem - Část 1: Zkušební metoda za okolní teploty
- [41] ČSN EN ISO 5079: Textilie – Vlákná - Zjišťování pevnosti a tažnosti jednotlivých vláken při přetrhu

Seznam tabulek

- Tab.1 Základní termické analýzy*
- Tab.2 Vlastnosti slitin NiTi*
- Tab.3 Chemické složení vláken*
- Tab.4 Parametry materiálů NiTi5 a NiTi6*
- Tab.5 Žíhací teploty*
- Tab.6 Hmotnosti vláken, misky + víčka – přístroj DSC*
- Tab.7 Naměřené parametry – NiTi5*
- Tab.8 Naměřené parametry – NiTi6*
- Tab.9 Směrnice tečny v počátku – prosté namáhání*
- Tab.10 Naměřené parametry cyklického namáhání – NiTi5*
- Tab.11 Naměřené parametry cyklického namáhání – NiTi6*
- Tab.12 Plochy hysterezní křivky v 1., 5. a 10. cyklu – NiTi5 a NiTi6*
- Tab.13 Směrnice tečny – cyklické namáhání NiTi5*
- Tab.14 Směrnice tečny – cyklických namáhání NiTi6*
- Tab.15 Charakteristika průběhu křivek DSC – NiTi5 a NiTi6*

Seznam obrázků

- Obr.1 Struktura austenitu*
- Obr.2 Fázový přechod Austenitu a Martenzitu*
- Obr.3 Struktura Martenzitu*
- Obr.4 Hysterezní křivka poměru mezi Martenzitem a Austenitem*
- Obr.5 Romboedrická (Rhombohedral) krystalická mřížka*
- Obr.6 A) Jednosměrná tvarová paměť; B) Vícesměrná tvarová paměť*
- Obr.7 24 fází Martenzitu*
- Obr.8 Rozdělení mechanických vlastností*
- Obr.9 Namáhání tahem*
- Obr.10 Grafické znázornění deformační křivky [36]*
- Obr.11 Teoretický DSC výstup křivky pro SMA materiály [24]*
- Obr.12 Základní termomechanické efekty [23]*
- Obr.13 Superelasticita SMA materiálů [24]*
- Obr.14 Přístroj LabTech*
- Obr.15 Upínání vláken do čelistí*
- Obr.16 Teoretický DSC výstup křivky pro SMA materiály*
- Obr.17 Závislosti síly na deformaci – NiTi5*

Obr.18 Závislost síly při přetrhu na elektrickém pulzu Q_j
 Obr.19 Závislost napětí při přetrhu na elektrickém pulzu Q_j
 Obr.20 Závislost tažnosti při přetrhu na elektrickém pulzu Q_j
 Obr.21 Závislost modulů na elektrickém pulzu Q_j
 Obr.22 Závislosti síly na deformaci – NiTi6
 Obr.23 Závislost síly při přetrhu na elektrickém pulzu Q_j
 Obr.24 Závislost napětí při přetrhu na elektrickém pulzu Q_j
 Obr.25 Závislost tažnosti při přetrhu na elektrickém pulzu Q_j
 Obr.26 Závislost modulů na elektrickém pulzu Q_j
 Obr.27 Závislost směrnice tečny v počátku na elektrickém pulzu
 Obr.28 Porovnání 1. cyklů všech materiálů – NiTi5
 Obr.29 Porovnání 5. cyklů všech materiálů
 Obr.30 Porovnání 5. cyklů umístěných v počátku
 Obr.31 Porovnání 10. cyklů všech materiálů
 Obr.32 Porovnání 10. cyklů umístěných v počátku
 Obr.33 Závislost síly při přetrhu na elektrickém pulzu
 Obr.34 Závislost napětí při přetrhu na elektrickém pulzu
 Obr.35 Závislost tažnosti při přetrhu na elektrickém pulzu
 Obr.36 Porovnání 1. cyklů všech materiálů – NiTi6
 Obr.37 Porovnání 5. cyklů všech materiálů
 Obr.38 Porovnání 5. cyklů umístěných v počátku
 Obr.39 Porovnání 10. cyklů všech materiálů
 Obr.40 Porovnání 10. cyklů umístěných v počátku
 Obr.41 Závislost síly při přetrhu na elektrickém pulzu
 Obr.42 Závislost napětí při přetrhu na elektrickém pulzu
 Obr. 43 Závislost tažnosti na elektrickém pulzu
 Obr.44 5.cykus namáhání – NiTi6 4 sec žíhaný
 Obr.45 Závislost směrnice tečny Z_c v 1., 5. a 10 cyklu namáhání na elektrickém pulzu – NiTi5
 Obr.46 Závislost směrnice tečny K_c v 1., 5. a 10. cyklu namáhání na elektrickém pulzu – NiTi5
 Obr.47 Závislost směrnice tečny Z_c v 1., 5. a 10. cyklu namáhání na elektrickém pulzu – NiTi6
 Obr.48 Závislost směrnice tečny K_c v 1., 5. A 10 cyklu namáhání na elektrickém pulzu – NiTi6
 Obr.49 DSC křivky – NiTi5
 Obr.50 DSC křivky – NiTi6

Seznam příloh

Příloha A - Materiálové listy NiTi5

Příloha B - Materiálové listy NiTi6

Příloha C - Tepelné vlastnosti NiTi5 a NiTi6

Příloha C Tab.1 Tepelné vlastnosti NiTi5 a NiTi6

Příloha D1 - Prosté namáhání NiTi5

Příloha D1 Obr.1 Tahová pracovní křivka s IS – NiTi5 bez žíhání
Příloha D1 Obr.2 Tahová pracovní křivka bez IS – NiTi5 bez žíhání
Příloha D1 Obr.3 Tahová pracovní křivka s IS – NiTi5 2 sec žíhaný
Příloha D1 Obr.4 Tahová pracovní křivka bez IS – NiTi5 2 sec žíhaný
Příloha D1 Obr.5 Tahová pracovní křivka s IS – NiTi5 4 sec žíhaný
Příloha D1 Obr.6 Tahová pracovní křivka bez IS – NiTi5 4 sec žíhaný
Příloha D1 Obr.7 Tahová pracovní křivka s IS – NiTi5 8 sec žíhaný
Příloha D1 Obr.8 Tahová pracovní křivka bez IS – NiTi5 8 sec žíhaný
Příloha D1 Obr.9 Tahová pracovní křivka s IS – NiTi5 16 sec žíhaný
Příloha D1 Obr.10 Tahová pracovní křivka bez IS – NiTi5 16 sec žíhaný
Příloha D1 Tab.1 Aproximační polynomy – NiTi5

Příloha D2 - Prosté namáhání NiTi6

Příloha D2 Obr.1 Tahová pracovní křivka bez IS – NiTi6 bez žíhání
Příloha D2 Obr.2 Tahová pracovní křivka s IS – NiTi6 bez žíhání
Příloha D2 Obr.3 Tahová pracovní křivka bez IS – NiTi6 2 sec žíhaný
Příloha D2 Obr.4 Tahová pracovní křivka s IS – NiTi6 2 sec žíhaný
Příloha D2 Obr.5 Tahová pracovní křivka bez IS – NiTi6 4 sec žíhaný
Příloha D2 Obr.6 Tahová pracovní křivka s IS – NiTi6 4 sec žíhaný
Příloha D2 Obr.7 Tahová pracovní křivka bez IS – NiTi6 10 sec žíhaný
Příloha D2 Obr.8 Tahová pracovní křivka s IS – NiTi6 10 sec žíhaný
Příloha D2 Obr.9 Tahová pracovní křivka bez IS – NiTi6 16 sec žíhaný
Příloha D2 Obr.10 Tahová pracovní křivka s IS – NiTi6 16 sec žíhaný
Příloha D2 Tab.1 Aproximační polynomy – NiTi6

Příloha E1 - DSC křivky NiTi5

Příloha E1 Obr.1 DSC křivky – NiTi5 bez žíhání

Příloha E1 Obr.2 DSC křivky – NiTi5 2 sec žíhaný

Příloha E1 Obr.3 DSC křivky – NiTi5 4 sec žíhaný

Příloha E1 Obr.4 DSC křivky – NiTi5 8 sec žíhaný

Příloha E1 Obr.5 DSC křivky – NiTi5 16 sec žíhaný

Příloha E2 - DSC křivky NiTi6

Příloha E2 Obr.1 DSC křivky – NiTi6 bez žíhání

Příloha E2 Obr.2 DSC křivky – NiTi6 2 sec žíhaný

Příloha E2 Obr.3 DSC křivky – NiTi6 4 sec žíhaný

Příloha E2 Obr.4 DSC křivky – NiTi5 10 sec žíhaný

Příloha E2 Obr.5 DSC křivky – NiTi5 16 sec žíhaný

Příloha F1 - Cyklické namáhání NiTi5

Příloha F1 Obr.1 NiTi5 1.cyklus namáhání – NiTi5 bez žíhání

Příloha F1 Obr.2 NiTi5 5.cyklus namáhání – NiTi5 bez žíhání

Příloha F1 Obr.3 NiTi5 10.cyklus namáhání – NiTi5 bez žíhání

Příloha F1 Obr.4 NiTi5 5.cyklus namáhání – NiTi5 2 sec žíhaný

Příloha F1 Obr.5 NiTi5 10.cyklus namáhání – NiTi5 2 sec žíhaný

Příloha F1 Obr.6 NiTi5 5.cyklus namáhání – NiTi5 4 sec žíhaný

Příloha F1 Obr.7 NiTi5 10.cyklus namáhání – NiTi5 4 sec žíhaný

Příloha F1 Obr.8 NiTi5 5.cyklus namáhání – NiTi5 8 sec žíhaný

Příloha F1 Obr.9 NiTi5 10.cyklus namáhání – NiTi5 8 sec žíhaný

Příloha F1 Obr.10 NiTi5 5.cyklus namáhání – NiTi5 16 sec žíhaný

Příloha F1 Obr.11 NiTi5 5.cyklu namáhání – NiTi5 16 sec žíhaný

Příloha F1 Tab.1 Aproximační polynom – NiTi5 bez žíhání

Příloha F1 Tab.2 Aproximační polynom – NiTi5 2 sec žíhaný

Příloha F1 Tab.3 Aproximační polynom – NiTi5 4 sec žíhaný

Příloha F1 Tab.4 Aproximační polynom – NiTi5 8 sec žíhaný

Příloha F1 Tab.5 Aproximační polynom – NiTi5 16 sec žíhaný

Příloha F2 - Cyklické namáhání NiTi6

Příloha F2 Obr.1 NiTi6 1.cyklus namáhání – NiTi6 bez žíhání

Příloha F2 Obr.2 NiTi6 5.cyklus namáhání – NiTi6 bez žíhání

Příloha F2 Obr.3 NiTi6 10.cyklus namáhání – NiTi6 bez žíhání

Příloha F2 Obr.4 NiTi6 5.cyklus namáhání – NiTi6 2 sec žíhaný

Příloha F2 Obr.5 NiTi6 10.cyklus namáhání – NiTi6 2 sec žíhaný

Příloha F2 Obr.6 NiTi6 5.cyklus namáhání – NiTi6 4 sec žíhaný

Příloha F2 Obr.7 NiTi6 10.cyklus namáhání – NiTi6 4 sec žíhaný

Příloha F2 Obr.8 NiTi6 5.cyklus namáhání – NiTi6 10 sec žíhaný

Příloha F2 Obr.9 NiTi6 10.cyklus namáhání – NiTi6 10 sec žíhaný

Příloha F2 Obr.11 NiTi6 5.cyklus namáhání – NiTi6 16 sec žíhaný

Příloha F2 Obr.12 NiTi6 10.cyklus namáhání – NiTi6 16 sec žíhaný

Příloha F2 Tab.1 Aproximační polynom – NiTi6 bez žíhání

Příloha F2 Tab.2 Aproximační polynom – NiTi6 2 sec žíhaný

Příloha F2 Tab.3 Aproximační polynom – NiTi6 4 sec žíhaný

Příloha F2 Tab.4 Aproximační polynom – NiTi6 10 sec žíhaný

Příloha F2 Tab.5 Aproximační polynom – NiTi6 16 sec žíhaný